

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-302242

(43)公開日 平成10年(1998)11月13日

(51)Int.Cl.<sup>8</sup>

識別記号

F I

G 1 1 B 5/66

G 1 1 B 5/66

5/85

5/85

Z

H 0 1 F 10/08

H 0 1 F 10/08

41/28

41/28

審査請求 未請求 請求項の数21 F D 外国語出願 (全114頁)

(21)出願番号 特願平9-323704

(71)出願人 591037649

(22)出願日 平成9年(1997)10月20日

コマグ・インコーポレイテッド

KOMAG, INCORPORATED

アメリカ合衆国カリフォルニア州95035・

ミルピタス・サウスヒルビュウドライブ

275

(31)優先権主張番号 08/733860

(32)優先日 1996年10月18日

(33)優先権主張国 米国 (US)

(72)発明者 ツー チェン

アメリカ合衆国 カリフォルニア州

95030 モンテ セレノ グレゴリー プ

レイス 18225

(31)優先権主張番号 08/802646

(32)優先日 1997年2月18日

(33)優先権主張国 米国 (US)

(72)発明者 末包 通信

東京都日野市大坂上4-12-28

(74)代理人 弁理士 中村 稔 (外6名)

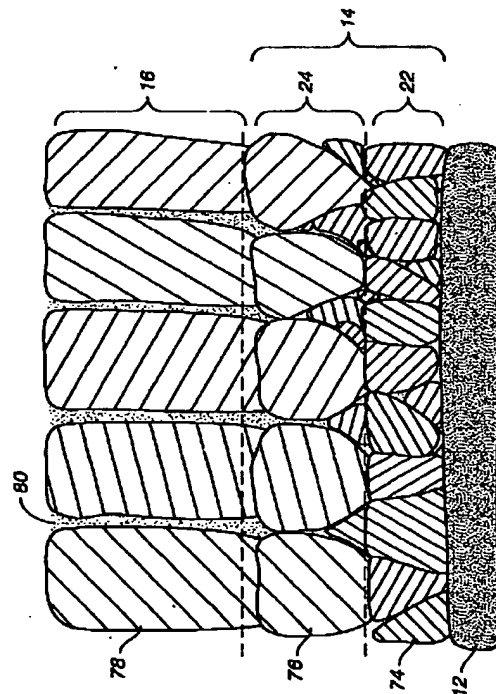
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 組織化された核生成層を有する磁性合金とその製造方法

(57)【要約】 (修正有)

【課題】 高い飽和保磁力および高いヒステリシス方形性を有し、高密度用途におけるPW50、固有の媒体ノイズ、TNLDおよびDW等の優れた磁気記録パラメータを与える磁気記録媒体とその製造方法。

【解決手段】 第一面を有する非磁性基板12と、組織化された核生成層14と、ここで核生成層は、ランダムな格子面配向を有し、直接非磁性基板上に形成された微細結晶粒の種結晶層22、および結晶粒の中間層24を含み、中間層は、最上部表面が好ましい格子面をとることを可能な十分な厚みで、種結晶層粒子上に形成され、好ましい格子面上に一般的にエピタキシャル的に形成される記録層16とを含み、記録層はCoベースのhcp合金と、90 Kcal/mol を越える結合強度を有する酸化物および窒化物からなる群から選ばれる少なくとも1種のセグリガント物質とを含み、かくしてCoベースの合金は、主として均一サイズの単結晶磁性粒子を形成する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 第一面を有する非磁性基板と、組織化された核生成層と、ここで該核生成層はランダムな格子面配向を有し、直接該非磁性基板上に形成された、微細結晶粒の種結晶層、および結晶粒の中間層を含み、該中間層は、その最上部表面が主として好ましい格子面をとることを可能とするのに十分な厚みで、該種結晶層粒子上に形成されており、該主として好ましい格子面上に一般的にエピタキシャル成長により形成される記録層とを含み、該記録層は、Coベースのhcp合金と、90 Kcal/mol を越える結合強度を有する酸化物および窒化物からなる群から選ばれる少なくとも1種のセグリガント物質とを含み、かくして該Coベースの合金は、主として均一サイズの単結晶磁性粒子を形成し、該単結晶磁性粒子は粒界を有し、該セグリガント物質は、主として該粒界に配置され、該単結晶磁性粒子は、主として該基板の該第一面に対して平行に配向し、かつ該第一面内でランダムに配向したC軸を有することを特徴とする、磁気記録媒体。

【請求項2】 該記録層粒子が、10%程度の、該中間層粒子との格子不整合を有する、請求項1記載の媒体。

【請求項3】 該中間層の厚みが、少なくとも80Åである、請求項1記載の媒体。

【請求項4】 該種結晶層粒子が平均径50Å以下のものであり、かつ該中間層粒子が平均径100 Å以下のものである、請求項1記載の媒体。

【請求項5】 該中間層がCrを含む、請求項1記載の媒体。

【請求項6】 該中間層がCrを含む合金製である、請求項5記載の媒体。

【請求項7】 該種結晶層が、径50Å未満の粒子を生成し、該中間層粒子を形成する核生成サイトを与える、金属元素を含む、請求項1記載の媒体。

【請求項8】 該種結晶層がTiを含有する、請求項1記載の媒体。

【請求項9】 該種結晶層が主としてB2相物質を含有する、請求項1記載の媒体。

【請求項10】 該B2相物質が、組織化されたNiAlである、請求項9記載の媒体。

【請求項11】 該種結晶層が、Crの合金と、少なくとも1種の他の元素を含み、該少なくとも1種の他の元素が、該元素のCrに対する最大固溶解度限界を越える10原子%までの量で存在する、請求項1記載の媒体。

【請求項12】 該単結晶磁性粒子が、平均径約100 Å以下のものである、請求項1記載の媒体。

【請求項13】 該単結晶磁性粒子が、5 Å~50Åだけ離れている、請求項12記載の媒体。

【請求項14】 該単結晶磁性粒子が、平均距離10Åだけ離れている、請求項12記載の媒体。

【請求項15】 少なくとも10Åの厚みをもつ、セグリガ

ント物質層が、一对の隣接する単結晶磁性粒子間に設けられている、請求項13記載の媒体。

【請求項16】 該媒体が、単一の磁気記録層のみを含む、請求項1記載の媒体。

【請求項17】 該セグリガント物質が、90Kcal/molを越える結合強度をもつAl、As、Co、Cr、Dy、Gd、La、Lu、Ni、Os、Pm、Ru、Re、Sc、Se、Si、Sm、Sn、Ta、Tb、Th、Ti、Tm、U、V、W、YおよびZrの酸化物および窒化物からなる群から選ばれる、請求項1記載の媒体。

【請求項18】 実質的にCo合金を含む磁気記録層が平坦な非磁性基板上に形成されており、構造が、改良された非線形転移シフト、書き込みジッタ、およびオーバーライト性能を有する、磁気記録媒体であって、ランダムな格子面配向を有し、直接該非磁性基板上に形成された、微細結晶粒の種結晶層と、少なくとも部分的にCr粒子を含む中間層と、該中間層は、その最上部表面が主として好ましい格子面をとることを可能とするのに十分な厚みで、該種結晶層粒子上に形成されており、

該Co合金と一緒に堆積された、90 Kcal/mol を越える結合強度を有する酸化物および窒化物からなる群から選ばれる少なくとも1種のセグリガント物質とを含み、かくして、該磁気記録層は、該主として好ましい格子面上に一般的にエピタキシャル成長により形成され、該Coベース合金は、主として均一サイズの単結晶磁性粒子を形成し、該単結晶磁性粒子は粒界を有し、該セグリガント物質は、主として該粒界に配置され、該単結晶磁性粒子は、主として該基板の該第一面に対して平行に配向し、かつ該第一面内でランダムに配向したC軸を有することを特徴とする、上記磁気記録媒体。

【請求項19】 平坦な非磁性基板上に形成され、かつ90 Kcal/mol を越える結合強度を有する酸化物および窒化物からなる群から選ばれる少なくとも1種のセグリガント物質を含有する、実質的にCo合金の磁気記録層が上部に形成されていて、該磁気記録層に改良された非線形転移シフト、書き込みジッタ、およびオーバーライト性能が付与されている、組織化された核生成層であって、

ランダムな格子面配向を有し、直接該非磁性基板上に形成された、微細結晶粒の種結晶層と、少なくとも部分的にCr粒子を含む中間層とを含み、該中間層は、その最上部表面が主として好ましい格子面をとることを可能とするのに十分な厚みで、該種結晶層粒子上に形成されており、

かくして、該磁気記録層は、該主として好ましい格子面上に一般的にエピタキシャル成長により形成され、該Coベース合金は、主として均一サイズの単結晶磁性粒子を形成し、該単結晶磁性粒子は粒界を有し、該セグリガント物質は、主として該粒界に配置され、該単結晶磁性粒子は、主として該基板の該第一面に対して平行に配向

し、かつ該第一面内でランダムに配向したC軸を有することを特徴とする、上記組織化核生成層。

【請求項20】 請求項1記載の磁気記録媒体を含むことを特徴とする、ディスクドライブ。

【請求項21】 実質的にCo合金を含む磁気記録層が、平坦な非磁性基板上に形成されている、磁気記録媒体の製造方法において、非線形転移シフト、書き込みジッタ、およびオーバーライト性能を改良する方法であって、

ランダムな格子面配向を有する微細結晶粒の種結晶層を、直接該非磁性基板上に真空堆積する工程と、該種結晶層粒子上に、最上部表面が主として好ましい格子面をとることを可能とするのに十分な厚みの、結晶粒の中間層を真空堆積する工程と、

該Co合金と共に、90 Kcal/mol を越える結合強度を有する酸化物および窒化物からなる群から選ばれる少なくとも1種のセグリガント物質を、真空堆積する工程とを含み、

かくして、該磁気記録層は、該主として好ましい格子面上に一般的にエピタキシャル成長により形成され、該Coベース合金は、主として均一なサイズの単結晶磁性粒子を形成し、該単結晶磁性粒子は粒界を有し、該セグリガント物質は、主として該粒界に移動し、かつ該Coベース合金は、主として該基板の該第一面に対して平行なC軸を有することを特徴とする、上記磁気記録媒体の製法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、一般的には通常コンピュータのデータ記憶のために使用される、剛性ディスクドライブで使用される、磁気記録媒体の製造に関する。特に、本発明は記載の順序で基板上に堆積した、種結晶層、中間層、および選択されたセグリガントを含む磁性合金記録層を含有する、磁気媒体およびその製法に関する。該磁性合金記録層は、該中間層上にエピタキシャル成長により形成される。高い方形性および同時に低ノイズおよび低非線形転移シフトを達成する。

【0002】

【従来技術】磁気ディスクの記録性能は、半振幅パルス幅(PW50)、オーバーライト(OW)、ノイズ、および全非線形歪(TNLD)を包含する幾つかの基本的特性により決定される。広いPW50は、隣接ビットが混み合っていることを意味し、付加的なビットの相互干渉をもたらす。この干渉は、シンボル間干渉と呼ばれている。過度のシンボル間干渉は、与えられたトラック内のビットの線形記録密度を制限し、結果として与えられた領域における記録密度を減少し、かつ該磁気媒体の記録容量を制限する。かくして、狭いPW50が、より高い記録密度を可能とする。PW50を減ずる(即ち、狭くする)ための手段の一つは、該媒体の該磁性層の厚みを減らすことである。PW50を減ずるためのもう一つの手段は、ウィリアム&コムス

トック(William and Comstock)により「デジタル磁気記録における書き込みプロセスの解析的モデル(An Analytical Model of the Write Process in Digital Magnetic Recording)」, A.I.P. Conf. Proc. Mag. Materials, 1971, 5, p.738に記載されているように、ヒステリシスループの方形性("S", 飽和保磁力方形性"S\* " およびレマネンス飽和保磁力方形性"S\* rem"を包含する)を増大し、および切替場分布(switching field distribution: "SFD")を狭めることである。PW50を減ずるための更に別の手段は、該媒体の飽和保磁力("Hc")を増大することである。

【0003】オーバーライト(OW)は、既存データの重ね書きを許容する該媒体の能力の尺度である。即ち、OWは、該媒体上で、第二のシグナル(例えば、第一のシグナルと異なる周波数をもつ)を、該第一のシグナル上に書き込んだ後の該第一のシグナルの残存状態の尺度である。OWは、大量の該第一のシグナルが残存している場合には低く、もしくは貧弱である。OWは、一般的に該媒体の飽和保磁力、方形性、およびSFD により影響を受ける。将来の高密度記録のためには、より高いHcをもつ媒体が好ましいであろう。しかしながら、Hcにおけるゲインは、一般的にOWの喪失を伴う。従って、当分野においては、S\*およびSFD を改善して、OWの改良を達成する必要がある。磁性フィルムのノイズ特性は、典型的には読み取りジッタおよび書き込みジッタによって定義される。読み取りジッタは、主として一ビットから入手できるシグナルの量、およびチャンネル内の電子的ノイズ+ヘッドノイズによって決定される。より厚い磁性フィルムは、典型的には低い読み取りジッタを与えるであろう。書き込みジッタは該フィルムの固有のノイズにより決定される。固有の媒体ノイズは、理論的には、ツー(Zhu)等により「金属薄膜のマイクロ磁気的研究(Micromagnetic Studies of Thin Metallic Films)」, J. Appl. Phys., 1988, 63, No. 8, p. 3248(これを本発明の参考文献とする)においてモデル化されている。チャン(Chen)等は「薄膜水平記録媒体の性能における限界の物理的起源(Physical Origin of Limits in the Performance of Thin-Film Longitudinal Recording Media)」, IEEE Trans. Mag., 1988, 24, No. 6, p. 2700(これを本発明の参考文献とする)において、固有の媒体ノイズの源を記載している。

【0004】薄膜フィルム媒体の固有ノイズの主な源は、比較的大きな磁性ドメインを与える、粒子間交換結合である。以下の説明において、「磁性粒子」とは、磁性物質の物理的に別々の粒子を意味し、一方「磁性ドメイン」とは、交換結合(粒子間の磁気的相互作用)のために、磁場の存在下で一緒に交換する、1以上の磁性粒子を意味する。一般的に、より高い粒子間交換は、磁性粒子の協働的交換のために、高いS\*および低いSFD を与える。しかしながら、高い交換相互作用は、大きな磁性

ドメインの形成のために、より高い固有のノイズを生ずる。粒子間交換結合に由来するノイズは、個々の粒子を分離することにより減じることができる。このことは、チャン(Chen)等の上記した「薄膜水平記録媒体の性能における限界の物理的起源」に記載されているように、該粒子相互を物理的に隔置させることにより達成することができる。必要とされる分離の程度は、粒子間交換結合を大幅に減ずるためには、僅かに数Å程度である。静磁場相互作用と呼ばれる、もう一つの粒子間相互作用があり、これは上記の交換相互作用と比較して、粒子間のより一層大きな距離に渡り作用する。該静磁場相互作用を減ずることにより、僅かに固有の媒体ノイズが減じられる。しかしながら、実際のところ、静磁場相互作用の効果は、ヒステリシスループの方形性を改善し、かつ該切替場分布(該交換相互作用よりも程度は低い)を狭くし、および結果としてPW50およびQWを改良する。従って、静磁場相互作用は、一般的に望ましいものであり、結果として許容される。

【0005】TNLDは、隣接ビット間のシンボル間干渉の結果である。これは、書き込み中の転移部分におけるビットの部分的な消去である。TNLDは、該飽和保磁力を増大させ、かつレマネンス磁化-厚み積("Mrt")、ここでMrtはレマネンス磁化であり、または該磁性層の厚みである)を減ずることにより下げることができ、また一般的にマイクロ磁気理論により説明されるものと考えられている。磁性フィルム組成物および堆積法が、TNLDを減ずるのに利用できる。TNLDは、記録密度の増大に伴って増大するので、記録密度の増大に伴ってますます決定的なパラメータとなり、またこのパラメータを最適化する、磁性フィルム組成物および堆積法を開発する必要がある。該磁気媒体から最良の性能を得るためには、上記基準の各々、即ちPW50、オーバーライト、ノイズおよびTNLDを最適化する必要がある。これら性能の基準各々が相互に関連しているので、これは手に負えない仕事である。例えば、Hcを高めることにより、PW50をより狭くし、かつTNLDをより低くすると、オーバーライトに悪影響を及ぼす。というのは、Hcの増大はオーバーライトを低下するからである。より低いMrtを有する薄い媒体は、狭いPW50、良好なQW、および低いTNLDを与えるが、ノイズは、該媒体シグナルが減じられるので、増大する。該ヒステリシスループの方形性を高めることは、PW50をより狭くし、良好なQWを得、TNLDをより低くするのに寄与するが、粒子間交換結合および静磁場相互作用のために、ノイズが増大する可能性がある(該媒体における支配的な固有ノイズは、粒子間交換結合により生ずるノイズである)。粒子間交換結合を排除して、該主要な固有媒体ノイズを減ずることが、公知の目標であるから、低下されるTNLD、改良されるQWおよびPW50を狭める量は、これまで該媒体の静磁場相互作用由来の許容可能なノイズレベルの増加により、制限されていた。

【0006】従って、高密度記録用途、即ち高ビット密度を維持できる、最適薄膜磁気記録媒体は、PW50、QWおよびTNLDを犠牲にすることなく、ノイズを下げることを要求するであろう。上記性能基準の幾つかの最適化を可能とする一つの型の磁気媒体は、コバルト(Co)とプラチナ(Pt)との合金を主成分とするものであり、これは高いHcおよび高い磁気モーメントを与える、該合金の能力によるものである。CoPtベースの合金の媒体ノイズは、多数の異なる方法により減じることができるが、以下に説明するように、これらの方法は、ヒステリシスループ方形性の喪失(即ち、低いS\*および高いSFD)、高いPW50、低いQW、高いTNLD、およびその他の欠点をもつ。チャン(Chen)等の上記した「薄膜水平記録媒体の性能における限界の物理的起源」に記載されているこのような方法の一つは、高いアルゴン圧環境でのスパッタリングによる、磁性合金の堆積を教示している。基本的には、高いアルゴン圧の印加は、分離された、交換結合粒子を与える。媒体ノイズは減じられるが、S\*およびQWは減少し、かつSFDは増大して、PW50の増加を招く。

【0007】ハワード(Howard)等により米国特許第5,066,552号に教示された、該媒体ノイズを減ずるためのもう一つの方法においては、酸素を5〜30原子%(at%)の濃度で該磁性フィルムに導入する。ハワード(Howard)等は、酸素が導入されたアルゴン雰囲気内での真空スパッタリングによる、磁性層の形成を教示している。これにより、該スパッタリング環境から、酸素を該磁性層内に導入する。しかし、上記特許においてハワード等により指摘されているように、酸素の導入はHcおよびS\*両者を減少する。ハワード(Howard)等は、米国特許第5,062,938号において、成長後に、該磁性粒子を酸化することを教示している。しかしながら、ハワード等('938)により教示されたこの方法には、付随的な幾つかの欠点がある。第一に、不純物の堆積後にスパッター堆積された層を酸化する追加の工程は、製造工程を複雑にし、かつコスト増を招く。第二に、酸化物形成の制御について何等教示されていない。第三に、粒径および粒子の均一性の制御について何等教示されていない。もう一つの方法は、粒状フィルムに、SiO<sub>2</sub>を含む磁性合金の粒子を含有せしめることである。これらフィルムに関する詳細はC. L. チェン(Chien)等の「磁性粒状Fe-SiO<sub>2</sub> 固体(Magnetic Granular Fe-SiO<sub>2</sub> Solids)」、J. Appl. Phys., 1987, 61(B), p. 3311およびS. H. リュー(Liou)等の「粒状金属フィルム、記録媒体(Granular Metal Films a recording Media)」、Appl. Phys. Lett., 1988, 52(8), p. 512に記載されている。本質的に、これらの研究者等は、同時スパッタリングによりまたは複合ターゲットを使用し、Fe-SiO<sub>2</sub>を堆積しており、また該磁性フィルムは下層なしに堆積された。約1100 OeのHc値および約0.6の方形性(S)が得られた。これらの値は、高密度記録用途に対しては、容認し得ない程に低いものである。

【0008】同様に、シミズ(Shimizu)等の「CoPtCr複合磁性薄膜(CoPtCr Composite Magnetic Thin Films)」、IEEE Trans. Mag., 1992, 28, No.5, p.3102 およびその関連特許出願、即ち1993年3月10日付けの欧州特許出願第0 531 035 A1号、1993年3月23日付けの日本国特許出願第5-73880 号および米国特許第5,516,547 号に記載されているように、SiO<sub>2</sub>の添加が利用されている。具体的には、低い媒体ノイズおよび高い面内飽和保磁力が、約10容積%(vol%)のSiO<sub>2</sub>の導入によって記録された。上記シミズ等の論文は、これらフィルムのS\*が一般的に約0.6であることを示している。従って、SiO<sub>2</sub>を含む媒体は、低い媒体ノイズおよび高いH<sub>c</sub>を示すが、得られる方形性は、まだ低過ぎて、高密度記録に対する要件を満たすことはできない。シミズ等は該合金中に約17-18at%のPtを要求していることにも、注目すべきである。このような高い割合のPtは、このような媒体の製造コストを大幅に増大する(但し、磁気抵抗ヘッドと共に使用するように設計された、例えば約10memu/cm<sup>2</sup>のM<sub>rt</sub>を有する媒体については、H<sub>c</sub>を維持するために、高いPt含有率を必要とする可能性がある)。更に、シミズ等は、僅かに1700 Oe 程度のピークH<sub>c</sub>を達成したに過ぎず、これは将来の高密度記録用途に対しては、容認できない限界である。1993年8月6日付けの日本国特許出願第5-197944号(ムラヤマ(Murayama)等)に記載された、もう一つの方法は、H<sub>c</sub>を増大するのにSiO<sub>2</sub>を添加し、一方で広い範囲のN<sub>2</sub>、例えば0.1 ~10%のN<sub>2</sub>の存在下でスパッタリングしている。低媒体ノイズが達成されるが、SiO<sub>2</sub>の割合が増大するにつれて、S\*が減少するという犠牲を払った。かくして、低媒体ノイズは、PW50およびQWの増大という犠牲の下で達成された。SiO<sub>2</sub>に関連する付随的教示は、クドー(Kudo)の米国特許第4,837,094号(アモルファス合金を教示している)およびタダ(Tada)等の米国特許第4,769,282 号(希土類元素を含む合金を教示している)に見出すことができる。

【0009】重要なことは、SiO<sub>2</sub>を使用するこれら従来技術の全てが、SiO<sub>2</sub>および該磁性フィルム成分とを、同時に堆積されるが、該SiO<sub>2</sub>と該磁性フィルム材料との最小の合金化を生ずるような条件の下で、堆積する方法とは逆に、SiO<sub>2</sub>と該磁性フィルム成分との合金化または混合を教示している。不純物の合金化または混合には、多数の欠点がある。第一に、不純物物質の添加(例えば、シミズ等による30vol%までのSiO<sub>2</sub>)は、飽和磁化(M<sub>s</sub>)およびその結果としてのM<sub>rt</sub>の減少をもたらす。従って、これらの文献は、該磁性層の厚みを増大して、十分なM<sub>rt</sub>を維持する必要があった。これは望ましくない。というのは、フィルム厚の増大は、粒子間間隔における損失の増大を招き、これは大きなPW50と低劣なQWをもたらす。第二に、該スパッタリング法は、付随的な材料をスパッタリングする必要性のために、より煩雑となり、しかもコスト増を招く。第三に、合金化されたまたは混合され

た不純物は、粒子を分離して、結果的に交換結合によるノイズを減少することはない。マードック(Murdock)等は、「多層Co-合金磁気記録媒体のノイズ特性(Noise Properties of Multilayered Co-Alloy Magnetic Recording Media)」、IEEE Trans. Mag., 1990, 26, pp.2700-2705 において、磁性物質の多層の堆積を教示しており、該層は非磁性物質の層によって相互に分離されており、媒体ノイズを減じている。粒径および粒子間間隔は、下層上で数粒子の厚みで、相対的に制御できるものと理論付けられている。フィルムが成長してより厚くなるにつれ、その粒子はサイズおよび位置を変更する傾向がある。従って、マードック等は、下層の堆積により、その上に薄い磁性層を数粒子の厚みで形成し、この磁性層上に他の下層を形成し、該下層上にもう一つの薄い磁性層を形成すること等により、粒径および間隔を制御することを教示している。媒体ノイズは、より小さな分離された粒子により低下されるが、SFD は増大し、かつ方形性は、個々の層のH<sub>c</sub>を整合させることの困難さの故に、低下する。

【0010】更に、薄い磁性層の粒径は、該磁性粒子が超常磁性となり、H<sub>c</sub>の大幅な低下をもたらす程に、減ずることができる。このような多層フィルムの製造も、非常に困難であり、通常必要な設備以外に、付随的な加工チャンバーを必要とする。更に、特別な注意を払って、該製造工程を設計して、薄い磁性層の酸化を最小化する必要がある。かくして、この多層法は、媒体ノイズを低下する方法を教示するが、通常の方法は方形性の低下をもたらし、かつ実施困難であり、また経費がかかる。今日製造されている多くの磁気記録媒体において、該Coベースの磁性合金結晶の[0002]<sub>Cr</sub>またはC-軸(磁化容易軸)は、該ディスクの面に対して平行または主として平行である(以下、「面内(in-plane)」配向と呼び、また面内および主として面内両者を含むものとする)。これは、当分野では周知の様々な方法で達成される。Co-合金フィルムの面内C-軸を得る最も一般的な方法は、Cr下層を使用して、稠密六方充填(HCP) Co粒子の、体心立方格子(BCC) Cr粒子上での粒子-粒子エピタキシャル成長を促進することである。面内C-軸配向が、以下の格子面関係: (002) <sub>Cr</sub>//(1120)<sub>Co</sub>; (110) <sub>Cr</sub>//(1011)<sub>Co</sub>; (110) <sub>Cr</sub>//(1010)<sub>Co</sub> および (112) <sub>Cr</sub>//(1010)<sub>Co</sub> の一つにより、CoをCr上でエピタキシャル成長させることにより得ることができることは、K.ホノ(Hono), B.ワン(Wong)& D.E.ラーフリン(Laughlin)の論文「Co/Cr 二層磁性薄膜の結晶学(Crystallography of Co/Cr bilayer magnetic thin films)」、J. Appl. Phys., 1990, 68(9), p.4734 に示されている。

【0011】また米国特許第4,652,499 号には、該Co-合金と該Cr下層との間の、良好なエピタキシーのための格子整合を改善するためには、該Cr下層をバナジウム(V)と合金化すべきことが記載されている。これら方

法の各々によれば、該Cr下層は数百Åの厚みをもって、該Co-合金のエピタキシャル成長に適したCrテクスチャーを確立する必要がある。しかしながら、このような厚いCrまたはCo合金層を形成した結果として、CrまたはCo合金の粒径も、数百Åまたは数千Å程に大きくなる。該Cr下層に堆積された該Co-合金の粒径は、該Cr下層の粒径と一致するであろうから、得られるエピタキシャル成長Co-合金も、数百Å乃至数千Å程度となるであろう。このような場合、大きな粒子による、磁気転移における高い固有の媒体ノイズは、該媒体を、現在の並びに将来の高密度記録には適さないものとする。CrまたはCr合金下層を使用した場合、得られる大きなCo-合金粒子の上記欠点を解消する方法は、リー(Le)等の「CoCrTa磁性薄膜用のNiAl下層(NiAl Underlayers for CoCrTa Magnetic Thin Films)」, IEEE Trans. Mag., 1994(11月), 30, No.6, pp.3951-3, 「NiAl下層上のCoCrPt薄膜媒体に及ぼす、Cr中間層の作用(Effects of Cr Intermediate Layers on CoCrPt Thin Film Media on NiAl Underlayers)」, IEEE Trans. Mag., 1995(11月), 31, No.6, pp.2728-30、および1994年9月29日付けの、米国特許出願第08/315,096号に基づく優先権を主張して提出された欧州特許出願第EP 0 704 839 A1号において提案されている。リー等は、B-2 結晶テクスチャーを有する下層上に、Coベースの磁性合金層を形成することによる、粒子成長の制御を教示している。一態様において、極めて薄いCr中間層(25~50Å)を、B-2 NiAl下層と該Coベースの磁性合金層との間に堆積している。

【0012】リー等によれば、該Coベースの磁性合金層は、その下の層上でエピタキシャル成長する。極めて薄いCr層を使用した態様においては、該Cr層は該B-2 結晶性下層上でエピタキシャル成長し、該Coベースの磁性合金は、該薄いCr層上でエピタキシャル成長する。その原理は、Co-合金が(1010)<sub>Co</sub>配向をとって、面内C軸を有するCo-合金を与えられとされる基礎を、該NiAl層の(112)<sub>NiAl</sub>結晶配向が与えることにある。該Cr層は、高い飽和保磁力および方形性にとって必要であるが、この公知技術によれば、該Cr層は該(112)<sub>NiAl</sub>と(1010)<sub>Co</sub>との間の関係(即ち、該B2層と該磁気記録材料層との間の間接的エピタキシー)を妨害しない。かくして、リー等は、該中間層を著しく薄く(25~50Åの範囲)して、該Crがその自身の好ましい配向で成長するのを防止することが必要であるとしている。比較的高い飽和保磁力および方形性(S)が報告されている。リー等は、観測された飽和保磁力および方形性における増加が、(112)テクスチャリング処理された厚いNiAl層上でのエピタキシャル成長により得られる、該Co磁性フィルム(1010)テクスチャーによるものと考えていた(上記したリー等の「CoCrTa磁性薄膜用のNiAl下層」を参照のこと)。ここで、薄い(25 Å)のCr中間層は単に該(112)テクスチャーを、該Coに転写しただけである。リー等は、Cr中間層

が、該NiAlフィルム表面上の過剰のAlによる該Coの汚染を防止する必要があること、および該Cr中間層は十分に薄くて、(a) Crの該Coフィルム層への拡散を最小化し、かつ(b) 該Co合金磁気記録層と該NiAl下層との間の該エピタキシーの妨害を回避する必要があることを述べている。

【0013】リー等により教示(EP0 704 839 A1参照)された、高飽和保磁力、高方形性、かつ微細粒子構造にも拘らず、NiAl下層の単なる付加は、媒体のノイズ性能に最小の改良を与えるに過ぎず、従って得られる媒体は、現存のおよび将来の高密度記録用途には不十分である。EP0 704 839 A1を参照すると、この最小の改良は、キャリアーノイズの測定データを示す第14および15図および総合媒体ノイズの測定データを示す第16および17図に見られる。重要なことは、リー等により教示された媒体が高い粒子間交換相互作用を受け、またこれを、例えば各個の粒子を意図的に分離することにより処理するための教示はない。リー等によって教示されたこの高飽和保磁力は、比較的多量のプラチナ(例えば18at%)の使用および恐らく幾分かは該(1010)テクスチャーにより達成されるものと考えられる。以下で更に論ずるように、適当に分離されたCo-Pt ベースのフィルムは、合金中に僅かに13at% 未満のPtを使用した場合においてさえ、該フィルム中の粒子が適当に分離されていれば、3000 Oe を越える飽和保磁力を達成できる。事実、このような高い飽和保磁力は、(1010)テクスチャーなしに、粒子のランダムな配向によって達成できる。このような大量のプラチナに対する必要性および(1010)テクスチャー形成の必要性等のリー等による要件は、彼等が達成した極めて高いヒステリシスループ方形性と共に、リー等により教示されたフィルムが、該物理的な粒子間の著しく高い交換相互作用をもつことを示している。このこと、およびリー等による分離に関する議論の欠如から、リー等により教示されたフィルムが媒体ノイズの大幅な改善を示さない理由を理解できる。

【0014】前に述べたように、磁性粒子分離の効果は当分野で公知である(チェンの上記論文「薄膜水平記録媒体の性能の限界における物理的起源」)。磁性粒子の分離は、首尾よく実用化されている。例えば、本出願人の前の研究である、1994年4月6日付提出の、米国特許出願第08/223,636号を参照のこと。しかしながら、この研究によれば、アモルファス下層を使用して、後に堆積されるCoベースの磁気記録層の小さく、均一な粒子を得ている。該アモルファス下層と該結晶性磁気記録層との間の界面において、該磁気記録層の個々の結晶粒は多結晶性である。多結晶性磁性粒子は、単結晶粒子よりも低い磁気結晶異方性定数Kuをもつであろう。フィルムの全体としての飽和保磁力は、個々の粒子のKuに比例しており、以下の式で与えられる： $H_c \propto \Sigma(\text{grain}) [2Ku(\text{grain}) / Ms]$ 。アモルファス下層をもつ該界面における

該Co-合金のKuの低下は、該全体としての磁気記録層の飽和保磁力における低下をもたらす。線形記録密度を増大する目的で、該記録層のMrtを減少させる（即ち、該記録層を薄くする）と、該多結晶性領域の厚み対全フィルム厚の比は増大し（また、該フィルムが十分に薄い場合には、該多結晶性領域が支配的なフィルム構造となり得る）、またその飽和保磁力は大幅に減少するであろう。例えば、フィルムのMrtが、1 Gbit/in<sup>2</sup> (.155 Gbit/cm<sup>2</sup>)を越える記憶に対して必要とされる、1 memu/cm<sup>2</sup>以下に低下した場合、Hcにおける低下は、該フィルムを、将来の記録密度に対して使用不能なものとする程に促進する。一般的に、将来の高密度記録用の低Mrtフィルムについて、PW50、QWおよびTNLDを犠牲にすることなしに、高飽和保磁力、高方形性および低媒体ノイズを達成する能力には、限界があることが認識されている。この問題は、高記録密度用の水平記録媒体に対する、磁気性能パラメータの値、製造の容易性およびコスト等における談歩に導いた。従って、現時点において、高飽和保磁力、高方形性および低ノイズ、狭いPW50、良好なQWおよび低いTNLDを有する媒体の製法に対する、当分野における要求がある。

#### 【0015】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、上記当分野の諸問題点を解決し、かくして該分野の要求を満たすことにあり、更に具体的には高い飽和保磁力および高いヒステリシス方形性を有し、かつ高密度用途におけるPW50、固有の媒体ノイズ、TNLDおよびQW等の優れた磁気記録パラメータを与えるように、最適化された、磁気記録媒体、およびその製造方法を提供することにある。

#### 【0016】

【課題を解決するための手段】上記の媒体の製造方法は真空堆積装置における特定の合金および特定の作業条件、並びに上記のような最適の媒体を与える諸工程の使用を含む。粒子の成長並びに構造の制御は、本発明の重要な特徴である。本発明による媒体は、100 Åまたは其以下の径を有する微細な個々の磁性粒子を含む磁気記録層を含む。ここで、該磁性粒子は、固体セグリガントによって相互に分離されており、かつ制御された均一な粒径および5 Å〜50 Å（理想的には、約10 Åの平均粒子間距離）程度の粒子間距離を有する。重要なことは、該磁気記録層の粒子が、該層の厚み全体に渡り、主として単結晶であって、各個々の粒子の磁気結晶異方性定数を最小化することであり、更に該粒子のC-軸は主として該フィルムの面内で配向されており、面内ランダム配向状態にある。この媒体は、典型的には0.8またはそれ以上の値に近い飽和保磁力方形性およびレマネント飽和保磁力方形性、0.2またはそれ以上の値に近い切替え場分布および個々の粒子の固有飽和保磁力に近い、例えば即ち20 00 Oeを、最小所要Pt含有率にて示し、一方同時に最小の媒体ジッタノイズおよびTNLD、並びに最適の磁気特性

にとって最大のオーバーライト性を与えるであろう。該媒体は、理想的には現行のおよび将来の高記憶密度用途、例えば磁気抵抗ヘッドとの組み合わせ使用に適している。我々は、改良されたTNLDのメカニズムが、主として該磁性フィルムの面内で配向しているC-軸をもつ、該磁気粒子の結晶にあり、また改良されたQWのメカニズムが、各磁性粒子が主として単結晶状態にある点にあることを、見出した。

【0017】低ノイズの磁気記録媒体を製造するには、小さな粒子が必要であることが知られているが、我々は、また該小さな粒子が主として単結晶（即ち、クリスタライト）である場合には、その飽和保磁力は、Co-Ptベース合金中のプラチナの所定の濃度に対して増大する。該単結晶粒は、高い飽和保磁力を維持するのに可能な最大のKuを与える。我々は、分離された粒子を有する媒体について、高い方形性を達成するためには、該粒子は均一なサイズをもつべきであり、また相互に均一な間隔で配置されて、磁化反転工程中の切替え特性を均一化する必要があることをも見出した。付加的な利点として、小さな粒径および均一な粒子間距離によって得られる、該粒子の均一な切替え特性も、良好なQWを与える。かくして、本発明の一局面は、適当な各生成工程を通して、制御された粒子の成長に基づいたフィルム堆積に関わり、これにより磁性フィルム層が得られ、該層は、高密度記録に適した粒径における狭い分布をもつ、均一に分離された小さな単結晶磁性粒子（100 Åまたはそれ以下の粒径）を含む。我々の研究の結果は、該記録層背後の適当な核生成層の使用が、高い飽和保磁力、高い方形性、および低ノイズにとって必要な、均一な磁性粒子サイズおよび粒子間間隔を得るために決定的であることを示している。この層の機能は、個々の物理的磁性粒子が成長する、核生成サイトを与えることである。形態学（ここでは、該粒子のサイズおよび粒子間距離として定義する）および該粒子結晶配向を包含する、該磁性層の粒子特性は、殆ど該粒子が成長する表面の状態により指定される。

【0018】物理的粒子は、核生成サイトにおいて形成されるので、各核生成サイトのサイズおよび隣接核生成サイト間の距離の制御により、該磁気記録層のサイズおよび間隔、即ち該粒子成長特性の制御が容易となり、かつ大角粒界が与えられる。更に、核生成サイトのサイズおよびその間隔の適当な制御は、該磁気記録層中の該粒界におけるセグリガント物質（以下で論ずる）のセグリゲーションを最適化する方法を与える。更に、結晶核生成層が、該磁性層のエピタキシャル成長のために、後に堆積される磁気記録媒体層との適当な格子整合をもつように選択された場合には、主として該フィルム（または基板）に対して平行に配向したC-軸をもつ、ほぼ単結晶性の磁性粒子を含む記録層を得ることができる。更に、該粒子のC-軸は該フィルム面に対して平行であるが、こ

れらはまた該フィルム面内でランダムに配向されている。即ち、我々が二次元等方性と呼ぶ状態にある。従来、十分に小さなサイズでこれら粒子を製造することは不可能であった。我々は、本発明の該組織化された核生成層が、この制限を排除することを見出した。

【0019】従って、公知技術の「下層(under layers)」と本発明による「組織化された核生成層(structured nucleation layer)」とを区別することは重要である。下層は核生成サイトを与えることができるが、該磁性フィルムの所定の極めて微細な結晶性微細構造を形成することはできない。しかしながら、本発明によって提案される組織化された核生成層は、これら機能の何れをも果たす。公知技術により教示されている未ドーパNiP および元素Cr等の物質の層は、下層と呼ばれるであろう。特開平5-73880号および上記したその対応EP0(シミズ(Shimizu)等)並びに特開平5-197944(ムラヤマ(Murayama)等)各々は、下層の利用を論じているが、組織化された核生成層により与えられる粒子成長のメカニズムの重要性を示唆も認識さえもしていない。事実、シミズ等はあらゆる型の下層を使用することのない、磁気媒体を形成することを試みており、またムラヤマ等はSiO<sub>2</sub>の該記録層材料への添加に注目しているが、核生成層の重要性を認識していない。本発明によれば、該組織化された核生成層は、典型的には後に堆積される磁気記録層のエピタキシャル成長を達成するための、多数のフィルム層から構成されているであろう。この組織化された核生成層は、後に堆積される層の形態および粒子配向を制御する。具体的には、該核生成層は、(a) 粒子サイズおよび粒子間距離を制御し、(b) 大角粒界を得ることを含む粒子配向および後に堆積される層の粒子の面内C-軸を制御し、かつ(c) 単結晶磁気記録物質粒子を制御する。粒子間における大角粒界の存在は、セグリガントが該粒界にまで拡散することを可能とし、結果として該微細な磁性結晶粒子を分離することを可能とする。

【0020】本発明の一局面による該組織化された核生成層は、2つの成分を含む。その第一の成分は、本発明において「種結晶層(seed layer)」と呼ばれ、ディスク基板上に堆積される。この種結晶層は、以後の粒子成長の鋳型を与える。該組織化された核生成層の第二の成分は、本発明において「中間層(intermediate layer)」と呼ばれ、該種結晶層上に直接堆積される。一態様においては、単一の中間層が表面を与え、該表面上で該磁気記録層がエピタキシャル成長して、微細で均一な粒径および二次元等方性媒体を与える。結晶形態および配向を制御することができる。複数の種結晶層および/または中間層(および/または磁性フィルム層)を含む他の態様も利用可能である。上記のように、該種結晶層の役割は、以後の粒子成長のための鋳型を与えることである。この鋳型は、後に成長する中間層並びに該中間層上で成長する磁気記録層における、100 Å程度の幅の粒子を製

造することを可能とするものである必要がある。即ち、該磁気記録層の粒子は、別々の小さな種結晶層の粒子を与えることにより、成長開始されなければならない。これらの種結晶層の粒子は、該中間層の結晶粒のサイズおよび間隔を設定するように機能する。最終的に、磁気記録層の粒子は、該中間層の粒子上でエピタキシャル成長し、該中間層は前者の粒子形態および粒子結晶配向(即ち、二次元等方性)を制御する。

【0021】同様に既に述べたように、該中間層は、該磁気記録層がエピタキシャル成長することのできる表面を与える。我々は、スパッター堆積したCrまたはCr合金が、該中間層材料として適したものであることを見出した。かくして、Crの適当な格子面配向が、選択的な成長法により設定され、該磁気記録層、例えばスパッター堆積されたCo合金のエピタキシャル成長用の核生成層が与えられる。従って、該中間層材料は、その結晶構造および該選択された磁気記録層材料に対する、ある格子面の比較的近接した(約10%以内)格子整合性に基づいて選択される。この好ましい粒子配向テクスチャーを設定するのに必要とされる、該中間層の厚みは、一般的に該スパッタリング装置のベース圧に依存して、約80 Åを越え、かつ約1000 Å未満である。しかしながら、公知技術によれば、これが一つの難点をもたらす。該公知技術のCr層が厚過ぎる、例えば200 Åを越える場合には、該Cr粒子は大き過ぎて、径100 Å未満の微細なCo合金粒子の成長を維持することができない。この難点を解決するために、本発明は、該種結晶を使用して、該Cr粒径を制御し、また所定のCr結晶配向テクスチャーの設定を援助することを提案する。該Cr中間層用の適当な種結晶層は、Ti等の金属、B2構造、例えばNiAl金属間化合物、またはCrに対して限られた固溶度をもつ元素とのCrの合金等から選択される。このような種結晶層は、数百Åを越えるCr層の厚みにおいてさえ、一般的に100 Å未満の径の微細なCr粒子を生成する。100 Å未満の径の微細なCr粒子を生成するのは、該種結晶層の極めて小さな粒径であり、また後に堆積されるhcp Coベース合金の面内C-軸および二次元等方性を与えるのに十分な厚みにおいて、該Cr粒子間の大角粒界を与えるのは、該種結晶層のクリスタライトのランダムな配向である。

【0022】該種結晶層を、Ti、B2構造、Crベースの合金または他の材料形成できることが理解されよう。但し、該種結晶層の粒子は、小さなCr中間層の粒子の成長を可能とするのに十分に小さな径のものである。一態様においては、該種結晶層はCr合金製であり、該合金は元来Crの中間層に対して良好な格子整合性を有している。しかしながら、以下に説明されるように、種結晶層用に使用されるCrと合金化される元素は、Crに対する限られた溶解度をもつべきである。このような合金の例はCr-Cu、Cr-Y、Cr-Si、Cr-Pd、Cr-Hf等である。Crと合金化される該元素の量は、多くとも該Crマトリックス中へ



の最大固溶解度を数原子%越える程度(例えば、10 at%まで)であるべきであり、従って該合金化元素はCr粒界まで十分に移動して、微細粒子を形成できる。また、Crは2以上の元素と合金化できるが、該Cr粒界における1を越える元素のセグリゲーションを達成するための制限と同一の制限を被る。実際に、一般的にはCrを種結晶層として使用した場合、限られた固溶解度をもつ合金が必要とされる。というのは、このような元素が、純元素フィルムよりも小さな核生成サイト用の粒子を形成する傾向があるからである。かくして、適当に選択された合金は、該種結晶内での極めて微細な粒子、従って該中間層の形成を容易にするであろう。しかしながら、適当な堆積技術を利用し、かつ材料を選択することにより、幾つかの元素状材料、例えばTiも、該フィルム堆積法で適当な微細粒子を与えることができる。というのは、Tiは該真空スパッタリング装置内の残留ガスおよび該スパッタリングターゲット内の不純物に対して極めて反応性であるからである。にも拘らず、該種結晶層用に選択された該材料は、以下のようなある結晶構造をもつ必要がある。即ち、該結晶構造は、該後に堆積される中間層がある結晶学的形態で振る舞いもしくは該形態を発現することを可能とするものであり、該結晶学的形態のために、該中間層上で成長する該磁気記録層(典型的には、Coベース合金)は、同様な粒子形態でエピタキシャル成長する。

【0023】該磁気記録層の形態が、必ずしも該種結晶層の形態により決定されるとはいえない。実際に、一般的には本発明によればそうではない。前に論じたりー等の研究は、該磁気記録層の面内配向を与えるために、このような条件があったが、本発明によれば、このような制限はない(例えば、以下に記載するように、Ti、Cr-3% CuおよびCr-5% Cu種結晶層に関するデータにより支持される)。該ランダムに配向した種結晶層は、後に堆積される中間層が、該種結晶層由来の該核生成サイトのサイズおよび位置で開始して、成長し、かつそれ自身の形態をとることを可能とする。得られる中間層は、幾つかの好ましい配向を確立し、面内C-軸を有する磁性粒子の後のエピタキシャル成長を容易にする。事実、該磁性粒子はランダムな面内配向で成長し、大角粒界を生ずる。これは、セグリガント物質の該磁性粒界への拡散を著しく増大し、粒子間の交換相互作用を抑制し、結果としてノイズを減ずる。該中間層は、好ましくは幾つかの結晶学的面の、Coベースの磁気記録層の格子面の幾つかに対する、厳密な格子整合性のために、Cr元素である。しかし、その他の中間層元素または合金も、同様にCoベースの記録層のエピタキシャル成長を可能とする中間層として十分に機能できる。実際に、該磁気記録層はCoベース合金以外のものであり得、従って異なる格子定数をもつことができる。このような場合、適当な格子整合用の他の中間層を使用できる。かくして、本発明はCr中間層に

制限される(あるいはCoベースの磁気記録層に限定される)ものと理解すべきではない。

【0024】本発明は、所定の微細で均一な粒子を提供し、該粒子は依然として該Cr中間層を、十分に厚く形成して、後に堆積されるCo合金エピタキシーにとって好ましい配向を発現することを可能とする。事実、Cr下層を使用している従来技術と比較して、比較的大きなCr層の厚みにおいてさえ、より小さな粒子が得られる。その上、厚いNiAl下層を形成して、基板の面に対して平行なC-軸をもつCo合金を得ることに依存している、従来技術(例えば、リー等)と比較して、本発明によって教示される媒体の粒子は小さい。これは、種結晶層を使用したことによるものであり、また面内C-軸が、該中間層の好ましいテクスチャーをもつ、該磁気記録層の面との整合を通して得られる。重要なことは、本発明が該磁気記録層全体に渡り均一な結晶学的形態を与えることである。即ち、磁気記録層と格子整合の組織化された核生成層により、該磁気記録層の粒子が、該磁気記録層と該中間層との間の界面において、一層完全な単結晶を形成する。従って、該磁気記録層の各粒子は、殆ど単結晶であろう。これは、アモルファス下層、非一格子整合下層、および非組織化核生成層上に形成された磁性層の多結晶質粒子と対照をなす。結局、磁気記録層物質の磁気結晶異方性定数は、個々の粒子の固有の磁気結晶異方性定数に接近する。かくして、該磁気記録層材料の飽和保磁力は、 $M_{rt}$  が例えば0.6 memu/cm<sup>2</sup>未満に減少した場合においてさえ、増大する。更に、該磁気記録層のより完全な生成格子構造は、より均一な磁化の切替えを可能とし、これが、我々がオーバーライトにおける増加を発見した根本であると考えられる。

【0025】本発明の磁気記録媒体は、非磁性セグリガント物質、例えば1種以上のAl、As、B、Ce、Co、Cr、Dy、Gd、Ho、La、Lu、Ni、Os、Pm、Ru、Re、Sc、Se、Si、Sm、Sn、Ta、Tb、Th、Ti、Tm、U、V、W、YまたはZrの酸化物または窒化物を該磁性物質と共に堆積することにより、製造する。後堆積工程なしに、単一の堆積工程で、該セグリガント物質を、周囲基板温度においてさえ、均一に該粒界に拡散させて、固有の磁気特性、例えば磁化および飽和保磁力等に悪影響を与えずに、粒子間の十分な分離を達成する必要がある。これは中程度の堆積速度(例えば、少なくとも1 Å/秒かつ20 Å/秒未満)および比較的低温度(≤200 °C)にて行う必要がある。これを達成するために、選択された該セグリガント物質は、該磁性合金に対して不溶性であり、かつ熱力学的に安定である。このセグリガント物質は、その結合強度により規定され、該強度は90Kcal/molとすべきである。他の態様においては、該セグリガントは、低温スパッタリング環境(例えば、200 °C以下)において良好な拡散速度を有して、良好な粒界セグリゲーションを確立する金属または金属合金であり得、これらも

使用可能である。該堆積された媒体中の該セグリガントの濃度は、該粒界において個々の磁性粒子を完全に分離する（これにより、粒子間交換結合に起因する媒体ノイズを最小化する）のに十分である必要があるが、該磁性フィルムに配合できるセグリガントの量には上限がある。この上限は、飽和保磁力における減少、飽和磁化における減少、および／またはセグリガント物質の添加により生ずる方形性の関数である。典型的には、標的飽和保磁力および／または方形性が確認され、またセグリガントの量は、該飽和保磁力および／または方形性を、その標的値またはそれ以上に維持するように選択される。典型的には、添加すべきセグリガント物質の量は、約10モル％(mol%)またはそれ以下である。該セグリガント導入効果は、該磁性層の下に、上記組織化された核生成層を使用することにより、大幅に高めることが可能である。

【0026】我々は、乾式スパッタリング環境および低アルゴン圧下で、該粒界において該セグリガントを効果的にセグリゲーションさせるためには、該堆積された磁性フィルムを、粒子成長の初期段階において、大角粒界をもつように与える必要があることを見出した。適当な組織化された核生成層の選択は、所定の大角粒界を与え、一方同時に均一な粒径および粒子間間隔が与えられる。従って、適当な組織化された核生成層上での該磁気記録層の成長は、(a) 該粒界へのセグリガントの導入を容易にし、(b) 粒径を制御し、(c) 該磁気記録層内の粒子間間隔を制御しかつ(d) 該結晶粒の配向を調節する上で決定的である。該セグリガント物質の添加は、該磁性層の飽和磁化 $M_s$ および磁気レマネンス $M_r$ に最小の衝撃を与える。高いレマネンス方形性が達成され、結果として該磁性層の全体としての厚みに対して、最小の衝撃を与える。重要なことは、交換結合により誘発されたノイズは、該セグリガント物質の導入および本発明の他の工程により完全に阻止できることである。同時に、例えば2000 Oe を越える高い飽和保磁力、並びに高い飽和保磁力方形性およびレマネンス飽和保磁力方形性、例えば各々0.8 に近い値が得られる。該中間層と該磁性層との間の良好なエピタキシーを達成するためには、スパッタリング中のバックグラウンド $H_2O$  圧を、約 $1 \times 10^{-6}$  トール未満とする必要があり、また他の残留ガス圧も低くする必要がある。更に、我々は該中間層と該磁性層との間の良好なエピタキシーを達成するためには、該堆積された中間層の表面の汚染を、該磁性層の堆積前に、最小化しておく必要があることを見出した。このような汚染を防止するためには、該磁性層を、該中間層の堆積後できる限り速やかに堆積する必要があり、また該中間層の堆積完了と、後の層の堆積との間の時間を、該スパッタリング装置のベース圧に依存して、例えば60秒以下とすべきことを見出した。

【0027】従って、高密度記録用途に最も適した、大

幅に改良された媒体は、セグリガント物質を含有する磁気記録層を、適当に選択された多層型で結晶性の組織化された核生成層上にスパッター堆積することにより与えられる。得られる磁性層は、小さく均一なサイズをもつ主として単結晶粒子からなり、該粒子は該粒界において該セグリガント物質によって、相互に均一に分離されており、しかも該基板の面に対して主として平行であり、該面内でランダムに配向している、C-軸を有する。本発明の方法は、得られる媒体の記録性能、特性の調節をもたらし、かつ既存のスパッタリング法に対して殆ど付加的な煩雑性を付加せず、またコストを高めることもない。

#### 【0028】

【好ましい態様の説明】以下、本発明を、特定の例および添付図を参照しつつ、更に詳細に説明する。添付図同志において、同様な参照番号は同様な要素を表すものとする。図1は、本発明に従って組み立てられた、典型的な剛性薄膜磁気ディスク10の断面図である（一定比で描かれていない）。完全なディスク10の一般的な説明はその層の幾つかおよびその堆積のための方法並びに条件の詳細な説明と共に以下に与えられるであろう。最後に、幾つかの実施例の詳細な説明が、本発明の種々の重要な局面を強調するために提示されるであろう。ディスク10は、アルミニウム合金基板12からなる。基板12はアルミニウムブランクであり得、その上にメッキ層（図示せず）、典型的にはNiP が、無電解メッキによりあるいはその他の当分野で周知の方法により形成される。また、基板12はガラス、セラミック、ガラス-セラミック、炭素ベース材料、珪素、チタン、ステンレススチール、または他の適当な、本発明の範囲を越える理由で選択された材料であってもよい。しかし、重要なことは、基板12の最外部表面（図1の斜視図から）は、平滑かつ十分に清浄化されている。場合により、該表面をテクスチャリング処理して、当分野で周知の如く、得られる磁気記憶媒体のCSS 性能を改善することができる。

【0029】次いで、以下で更に詳細に説明される、組織化された核生成層14を、基板12上に堆積する。組織化された核生成層14は、図2に示したように、2またはそれ以上のサブレイヤーを含むことができる。2層のサブレイヤーを含む場合、該組織化された核生成サブレイヤーの第一のものは、本明細書においては種結晶層22と呼び、また第二の該核生成サブレイヤーは、本明細書において中間層24と呼ぶ。スパッタリングは、組織化された核生成層14（即ち、そのサブレイヤー各々）を堆積するための好ましい方法であるが、他の堆積法も、1以上のこれらサブレイヤーを形成するという所定の目的を達成することができる。図1を再度参照すると、以下で更に詳しく説明する、磁性合金および不溶性の「安定な」セグリガント物質を含む、磁気記録層16を、次に組織化された核生成層14上に堆積する。再度、スパッタリング

が、この層を堆積するための好ましい方法であるが、他の技術を利用して、この層を堆積するという目標を達成することができる。当分野で公知の型の、例えば窒素、水素またはその両者をドーブした炭素、 $ZrO_2$ 、 $SiO_2$ 等の酸化物、またはTiN、ZrN等の窒化物、またはTiC、SiC等の炭化物等の、厚み例えば300 Åを有する保護オーバーレイヤー18、および当分野で公知の型の潤滑層20が、磁気記録層16上に適用される。該保護オーバーレイヤー18および潤滑層20の詳細は本発明の範囲外であり、従ってここでは詳細に議論しない。

【0030】本発明の特定の目標を達成するために、CoPtベースの磁性材料を、不溶性のセグリガント物質と共に堆積する。一態様において、該CoPtはCrと合金化される。この態様においては、該クロムの濃度は約15at%までであり、また該コバルトの濃度は約75at%を超える。上記のように、媒体ノイズの主な源は、粒子間交換結合である。上記の「薄膜水平記録媒体の性能における限界の物理的起源」においてチェン等により論じられたように、結合ノイズを減ずるための一つの方法は、該記録層の粒子を相互に分離することである。これが、該不溶性セグリガント物質の役割である。種々の物質、例えばAl、As、B、Ce、Co、Cr、Dy、Gd、Ho、La、Lu、Ni、Os、Pm、Ru、Re、Sc、Se、Si、Sm、Sn、Ta、Tb、Th、Ti、Tm、U、V、W、YまたはZrの酸化物または窒化物が、粒子の分離のために効果的である。該セグリガント物質の選択基準は、第一に該物質が該粒界までセグリゲーションするように、該磁性合金に対して比較的不可溶性であるべきこと、および第二に該化合物の結合エネルギー（これは $D_0^{298}$ に対して少なくとも90Kcal/molであるべきである）により決定したように、安定であるべきことである（ハンドブックオブケミストリー&フィジックス(Handbook of Chemistry and Physics), CRCプレス刊, 1988-89に記載されている）。以下の説明および関連する図面においては、 $SiO_2$ を、該不溶性かつ「安定」なセグリガントの一例として使用した。 $SiO_2$ およびその他のセグリガント物質に関するより詳細な議論については、上記の米国特許出願第08/286,653号を参照のこと。しかしながら、多くのこのような不溶性かつ「安定」なセグリガントの1種またはそれ以上の使用も本発明の意図する範囲内である。

【0031】前述の如く、最適の記録性能は、該記録層を含む粒子が均一なサイズをもち、かつセグリガント物質により均一に分離されている場合に得ることができる。事実、我々は、該磁性粒子78各々が殆ど同等なサイズで、絶縁物質80により相互に均一に分離されて、粒子間交換が遮断された単結晶であるべきであることを見出した。この配置をもつ磁気記録層の部分を、図4に平面図として示した（各粒界内の平行線により示された、面内または二次元ランダム粒子配向）。例えば1Gb/in<sup>2</sup> (155Gb/cm<sup>2</sup>) の、将来の高密度記録用途に対しては、最大

許容書き込みジッタは、4nm以下であると予想される。我々は、このような用途用の媒体の粒径は100 Å程度以下であろうと考えている。かくして、我々は、このような媒体の目的とする性能を達成するためには、該粒子78の各々を、約10Åの絶縁物質80により相互に均一に分離して、完全に該交換相互作用を排除し、しかも最大の書き込み密度を維持する必要があることを見出した。このような記録層をもつ媒体は、将来の高密度記録用途に対して要求されるように、可能な限り最大の方形性を示し、一方で可能な限り最低の媒体ノイズを維持するであろう。

【0032】方形性とノイズとの間に交換があることに注意すべきである。極端に方形の媒体は、粒子間交換結合を無視し、かつセグリガントを使用することなしに、最密充填微細粒子を与えることにより得られる。しかしながら、これは該媒体の有用性に著しい悪影響を与え、磁気記録媒体の性能パラメータについての、現行のおよび将来の期待を与えるような、工業的実施はできないであろう。また、粒子間交換結合は、絶縁物質80により数10Å程度の距離で、該粒子を相互に均一に分離することにより、完全に排除できる。しかしながら、この場合、過剰量の非磁性絶縁物質が該磁性層を過度に希釈し、結果として該フィルムの体積磁化率を低下し、しかも粒子間の静磁場相互作用の大幅な減少により、該フィルムの方形性が低下するであろう。従って、分離の程度および結果としての該磁性合金の形成で使用される該セグリガントの量の決定の際の、粒子セグリゲーションにより達成される高い方形性、最大の体積磁化率および最低のノイズ性能間のバランスが必要である。一般的規則は、該粒子を相互に完全に分離するのに十分であるが、該フィルムの磁気性能の低下を生じるには不十分な量のセグリガントを選択することである。原理的には、該非磁性セグリガントによる、該粒子間の約10Åの分離が、交換相互作用を抑制するのに十分である。我々は、優れた記録層を得るための一つの要件が、該記録層を適当な組織化された核生成層上に形成することであることを見出した。組織化された核生成層はその上に形成される該磁性粒子のサイズおよび粒子間距離に影響を与え、かつ該粒子間の該セグリガントの均一な分布を容易にして、所定の分離を達成し、粒子間交換結合を最小化または防止して、ノイズを減じかつ磁気性能を改善する。これを実現するためには、該組織化された核生成層は、個々の粒子が付着するであろう別々の核生成サイトのあるトポロジーを持つべきである。

【0033】従って、該組織化された核生成層は、十分に厚く（例えば、各サブレイヤーに対して約100 Å以上）して、基板表面を均一にかつ完全に覆い、下部の基板表面テクスチャーの作用を排除し、かつ後の結晶成長のための新たな結晶形態を設定し得るものであるべきであり、しかも該核生成サイトにより与えられる均一な分

離、所定の粒径、および分布の低下を生ずる程に厚いものであってはならない。本発明の一態様の磁気ディスクのこのような微細構造の断面は、図2に模式的に示されており、図2において組織化された核生成層14は種結晶層22および中間層24からなる。種結晶層22はランダムに配向した別々の粒子74からなり、該種結晶層はCr粒子76が核生成し、かつ成長するための鑄型として機能する。重要なことは、粒子74が非常に小さく、径100 Å以下（径は、基板の面に対して垂直方向から観察した場合のもの）であり、しかも連続していることである。また、各粒子の結晶配向は、お互いについてランダムに配向しており、従って大角粒界が隣接粒子間に存在する。これらの特徴は、種結晶層22に対して使用した材料の関数である。例えば、Ti等のHCP 元素、Cr-Cu 等のBCC 合金お\*

#### CrおよびCoCr<sub>10</sub>Pt<sub>18</sub>の種々の面に関する格子整合性

| Crテクスチャー | CoCr <sub>10</sub> Pt <sub>18</sub> テクスチャー | 不整合性                  | C-軸    |
|----------|--|-----------------------|--------|
| (110)    | (1011)                                     | 0.2%および2%             | 面から28° |
| (110)    | (1010)                                     | 1.7%および11%            | 面内     |
| (200)    | (1120)                                     | 1.7%および9%             | 面内     |
| (211)    | (1010)                                     | 1.7%および2%             | 面内     |
| (111)    | (3120)                                     | 1.7%および4%             | 面内     |
| (221)    | (1010)                                     | 1.7%および4%             | 面内     |
| (210)    |  | 何れの方角においても良好な整合は見られない |        |

【0035】表1に記載したように、該CoCr<sub>10</sub>Pt<sub>18</sub>合金と該Cr下層との間の格子不整合は、両格子面方向において約10% 以下であり、従ってCr上でのCoCr<sub>10</sub>Pt<sub>18</sub>のエピタキシャル成長は容易に行われる（一般的に言えば、該CoCrPt合金で使用したCrの濃度は、腐食抵抗性を改善する目的で10%～15%の範囲内に維持され、かつPtの濃度は、Kuおよび結果としてHcの増大のために、10%～18%の範囲内に維持され、一方で同時にコストを下げかつ該合金の固有の飽和モーメントMsを増大する目的で、Pt濃度を最小にすることが望ましい）。同様に表1に示されているように、得られる該Co-合金のテクスチャーは、面内C-軸配向している。但し、(1011)<sub>Co</sub>および(110)<sub>Cr</sub>は該フィルムの面から28°ずれて配向したC-軸をもつ。該粒子間の大きな結晶学的な粒子角を増大するために、該フィルムは、その中で混交された多数の異なるCo-合金のテクスチャーをもつべきである。理想的には、該(1011)<sub>Co</sub>テクスチャーを、他の面内粒子テクスチャーと共に存在させて、該粒子間の大角粒界を増強するべきである。本発明の一態様によれば、我々は、中間層24をTiまたはNiAlの種結晶層上に形成した場合に、主として表1に示したCrテクスチャーを有するCr中間層が得られることを見出した。該Cr粒子と該Co-合金粒子との間の一般的な形態は、図4の顕微鏡写真にみることができ、本図はNiAl種結晶層が示されており、その上にはCr中間層が形成され、該Cr中間層上にはCo-合金層が形成されている。

【0036】該種結晶層内には多数の結晶配向が存在

\*よびB2相NiAlが、適当な真空スパッタリング堆積条件下で、これらの特徴を与えることが分かった。中間層24は、後に直接種結晶層22上に堆積される。中間層24は、典型的にはCrまたはCr合金であり、これはかなり良好な、該磁気記録層に対して使用されるCo-Pt ベース合金に対する格子整合性をもつ。表1は、Cr中間層およびCo(72%) Cr(10%) Pt(18%)（一般的に、各元素の割合は少数点による下付番で記載され、また下付番をもたない元素の割合は該合金の残部を構成することを意味する、例えばCoCr<sub>10</sub>Pt<sub>18</sub>）を含む磁気記録層の面に関する格子整合性を示す。

【0034】

【表1】

※し、かつ該Cr粒子は該種結晶層上で核生成し、しかも成長するが、該Crは寧ろ、低エネルギーの一連のテクスチャー、例えば1以上の(110)、(200)、(211)、(111)および(221)で形成されるであろう。他の配向で成長するCr粒子は、より緩慢に成長する傾向があり、またこの低エネルギー配向のためにオーバーランを起こすであろう。このことを模式的に図2に示した。更に、好ましい配向をもつ粒子が他の配向をもつ粒子とオーバーランした場合には、該粒子は相互に影響を与える傾向にあり、従って該Cr粒子は、（該フィルム面の方向ではなく）その厚みの方向のみの成長に制限されるであろう。これは効果的に、該Co-合金粒子との界面にまで、小さな粒径を維持する。このことは図4に十分に示されている。該種結晶層22は、該Cr粒子が核生成しかつ成長するための極めて多量の核生成サイトを与えるので、統計的には好ましい配向の多量のCr粒子が得られる。従って、該好ましい配向のCr粒子は、比較的密接した状態で成長する。これら粒子がかなり均一な速度で成長するであろうという事実と、上記の点を組み合わせると、径におけるCr粒子の成長の傾向に、理想的な制限が与えられる。これは、図4の層24にみることができ、また該層により明らかである。図4および5は、後に堆積されるCoベースの合金層が、多かれ少なかれ該合金層が堆積される該Cr中間層の結晶形態および配向に従う、結晶形態および配向をとるであろうことを立証する顕微鏡写真である。該Cr中間層上での該Coベースの合金のエピタキシャル成長は、図4に示された磁気記録層16中の該Cr中間層の格子

面配向の連続性を観察することにより確認できる。

【0037】図6は、該フィルム面に対して垂直方向からとられた、該Co-合金フィルムのTEM増である。図6に示したように、該Co-合金粒子78は、相互に完全に分離され、該セグリガント80(SiO<sub>2</sub>)により包囲されている。同様に図示されているように、該Co-合金結晶の粒径は全く均一であり、100 Å未満であり、また該絶縁セグリガントの平均距離は約10Åである。該磁性粒子の良好な分離性および該フィルムの小さな粒径は、(該磁気交換相互作用を完全に抑制し、かつ粒径により誘起される転移ノイズを最小化することによって)該媒体の最小の固有ノイズを保証する。図7は、(150ÅのNiAl種結晶層上に形成された)600 ÅCr中間層上に堆積された、200 ÅCoCr<sub>12</sub>Pt<sub>12</sub>+8%SiO<sub>2</sub>フィルムの多層フィルムディスクの破壊断面の高解像度SEM顕微鏡写真である。最上層は100 Åの炭素オーバーコートである。該顕微鏡写真により明らかな如く、該提案された組織化された核生成層を用いた、この多層構造フィルムの該破壊表面は、十分に画成された、明確に切断された粒界をもつ粒子のコラムを示しており、該粒界は該基板表面から開始し、該フィルム表面にまで伸びている。これらの結果は、該粒子が十分に分離されていることを明らかにしている。対照的に、図8は、150 ÅのNiP+2%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>下層、これに伴う600 ÅのCr層(順に、これは200 ÅのCoCr<sub>12</sub>Pt<sub>12</sub>+8%SiO<sub>2</sub>フィルム層および100 Åの炭素オーバーコートを伴う)の多層フィルム構造の、同様に破壊された表面について撮影したSEM増である。図8は、粒子コラムが明確に画成されておらず、また該CrおよびCo-合金層内、特に該Co-合金層の中央部またはそれ以下における粒子内破壊をもつこと、および該粒子の破壊面が清浄でないことを示している。これらの結果は、NiP+2%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>のアモルファス構造が、Crに対する良好な核生成サイト(または鋳型)を与え得ないこと、および該構造が過度に大きく成長したCr粒子を与えることを示している。この後者の場合、該Cr粒子上で成長した該Co粒子は小角粒界をもち、結果として不十分な分離をもたらし、これらの粒子がエピタキシャル成長した場合にも、ランダムに配向した面内C-軸をもたないであろう(即ち、二次元等方性をもたないであろう)。

【0038】我々は、適当な格子構造および/または結晶構造を有する、適当に選択された元素または合金、例えばTi、B2構造(例えば、NiAl)、Cr-X合金(ここで、Xは制限された固溶解度をもつ元素、例えばCu-Crの固溶解度を僅かに上回る量のCuである)等が、該微細な粒子の種結晶層材料として使用できる。ここで、該種結晶層は、該Cr中間層内の結晶の好ましい形態および配向を与え、これは順に該Co-合金のエピタキシャル成長用の形態および配向を与える。本発明の一局面によれば、該種結晶層およびこれに続く層は周囲温度またはその近傍の温度にて、比較的高速で堆積される。より高い基板温

度およびより低い堆積速度が、より大きな粒子を与えるであろうことは、一般的に公知である。既に述べたように、微細粒子の種結晶層を生成することが、本発明の目標の一つである。我々は、この目標を達成する上で、この種結晶層用の材料の選択が大きな役割を演じていることを見出した。例えば、Tiは、該スパッタリング雰囲気あるいはスパッタリングターゲット(高純度のTiターゲットを製造することは極めて困難である)中の残留酸素または窒素ガスと極めて高い反応性をもち、該粒界において酸化物または窒化物を形成し、かくして極めて微細な粒子を生成することから、好ましいものであり得る。限られた固溶解度を有するCr-合金も好ましいものである。というのは、固溶解度を越える量の該合金元素が、該粒界までセグリゲーションし、結果として微細な粒子形成を容易にするからである。比較的高い堆積速度および低い温度を適用した場合には、NiAl等のB2相化合物も、該化合物の非化学量論的組成の特徴並びにこのような比較的高い堆積速度、低い堆積温度系(即ち、該堆積工程中に平衡を達成するには不十分な拡散速度)における平衡相構造(B2構造の単一相)を形成することの困難さのために、極めて微細な粒子を形成できる。

【0039】本発明は、固有の磁気記録媒体およびその製造方法に関する。本発明は、選択されたセグリガント物質を使用した磁性合金並びに固有の核生成相構造および該層用の材料の選択に依っている。磁気記録層は、最終的に微細な粒子(100Å)を有し、かつ大角粒界を有していて、該粒界に対する該選択されたセグリガントのセグリゲーションが促進され(従って、該磁性粒子が完全に分離され)しかも該粒子は、面内C-軸を有するほぼ完全な単結晶粒子である。ここに教示される方法は、一部には周囲温度またはほぼ周囲温度でのスパッタリングが利用可能であることから、実用性が高く、かつ低コストである。本明細書に含まれる堆積に基づいて、実際に論じたものに加えて、種結晶層および中間層材料として使用して、所定の属性をもつ磁気記録層を得るのに適した、一連の物質を列挙することは当業者のなしえる範囲のことである。しかしながら、他の堆積法、例えば高温スパッタリングも使用できる。本発明に従って、種々の下層および核生成層を使用して作成した幾つかのディスクの磁気特性および記録性能を、以下に説明する。特に述べない限り、本明細書で論ずる全てのディスクは、日本国東京のアネルバ社(Anelva Inc.)により製造されたバッチ式真空堆積装置、モデルSPC-350を使用して作成した。この装置は、4つのスパッタリングカソードからなる。該スパッタリングチャンバーへの基板の装入および取り出し用の、ロードロックシステムを使用して、基板を該スパッタリングチャンバー内に搬送する際における、周囲雰囲気による、残留ガス(例えば水蒸気、酸素、窒素等)の導入により生ずる、汚染を最小化する。

【0040】該システム内の初期の残留ガス、特に水蒸

気を最小化するために、該システムのベース圧を、該核生成層および磁性層（並びに炭素オーバーコート）を堆積する前に、 $2 \times 10^{-7}$  Torr以下にまで下げた。該4つのスパッタリングカソードは、該種結晶、核生成、磁性および炭素オーバーコート層を連続的に堆積するためのものである。数個のディスクを、種結晶を使用せずおよび種々の種結晶材料：NiAl、TiおよびCr-Cuを使用して、調製した。各種結晶層はR.F.ダイボルスパッタリングにより堆積した。ある場合には下部の種結晶層なしに形成され、また中間層が形成される他の場合には、種結晶層上に形成されるCr層は、R.F.マグネトロンスパッタリングを利用して堆積した。該磁性層は、R.F.ダイボルスパッタリングにより堆積させた。最後に、該炭素オーバーコートは、D.C.マグネトロンスパッタリングを利用して堆積した。炭素層を除くこれら全ての層のスパッター堆積は、15mTorrのアルゴン圧下で行った。該炭素オーバーコートは、4mTorrのアルゴン圧下で堆積した（これらは以下の実験に関する堆積技術およびパラメータであるが、他の技術およびパラメータを使用することも可能であり、同様な結果が得られる。例えば、本明細書でいう該Cr層は、R.F.ダイボルスパッタリング等により堆積できる）。図9は、2種の異なる記録媒体に関する、磁気レマネンスと磁気フィルムの厚みとの積(Mrt)とレマネンス飽和保磁力(Hcr)とを比較した図であり、該媒体の一方は、厚み150 ÅをもつアモルファスNiP+2%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の下層を有し、その上にはCoCr<sub>12</sub>Pt<sub>12</sub>+8mol%SiO<sub>2</sub>の磁気記録層が形成されており、その第二の媒体は厚み600 ÅのCr下層を有し、その上には同一の磁気記録層が形成されている。何れの場合も、実質的に同一の公知の炭素オーバーコートを、該磁気記録層上に適用した。

【0041】図9は、該アモルファスNiP下層をもつ媒体に対して、その飽和保磁力が、約0.8 memu/cm<sup>2</sup>またはそれ以下のMrtにおいて、該Coフィルムの厚みが減少するにつれて、急速に低下することを示している。しかしながら、該結晶性Cr下層をもつ媒体については、該飽和保磁力は、約0.8 memu/cm<sup>2</sup>以下において、同一の範囲において比較的平坦な値に維持される。更に、該Cr下層をもつ媒体のレマネンス飽和保磁力は、この実験の範囲内で、任意のMrtに対して、該NiP下層をもつ媒体の値よりも高い。これらの結果は、厚いCr下層を使用した場合には、良好なエビタキシー、即ちCo合金の支配的に単結晶の粒子の成長は、該Coフィルムの成長の開始点において開始する。更に、該Co合金粒子の配向は、ホノ(Hono)等および米国特許第4,652,499号により予測されたように、最初からほぼ面内にある。一方で、アモルファスNiP下層を使用した場合には、結晶構造が、該Co粒子の成長の開始点で成長し、このような多結晶構造が0.8 memu/cm<sup>2</sup>まで続く可能性がある。図10は、2種の媒体、即ち各々単一のCr下層をもつように調製された媒体に関する

る、Hcr対Mrtをプロットしたグラフである。一方の場合、該Cr下層は厚み200 Åであり、第二の場合の該Cr下層は厚み600 Åであった。図10には同様に、2種の媒体に関するHcrおよびMrtのデータも示されており、該媒体には、それぞれ300 Åおよび100 ÅのNiAl種結晶層を使用し、該種結晶層上にはCr中間層が厚み200 Åおよび600 Åで堆積されている。全ての場合において、該基板を、該下層の堆積前に高度に研磨（例えば、Ra≒10 Å）した。該磁性合金層は、各ディスクに対して同一である（また図9の実験で使用したものと同一である）、即ちCoCr<sub>12</sub>Pt<sub>12</sub>+8mol%SiO<sub>2</sub>である。各場合において、厚み100 Åの炭素オーバーコートを、該磁性層上に適用した。

【0042】まず、図10は、薄いCr下層と比較して、厚いCr下層が、与えられたMrtに対してより高い飽和保磁力を生成することを示す。これは、該基板上に直接厚み200 Åおよび600 ÅでCr層を形成した例を比較した場合に、およびNiAl上に厚み200 Åおよび600 ÅでCr層を形成した例を比較した場合に、みることができる。我々は、良好なエビタキシーが、該Cr層が厚い場合、例えば該Cr粒子がより均一な結晶構造をもつ場合に得られるものと仮定する（Cr粒径および結果としてCo合金粒径も影響される可能性がある）。第二に、図10は、Cr中間層の下部に結晶性のNiAl種結晶層を付加することにより、得られる媒体のHcrが増大することを示している。例えば、約0.3 memu/cm<sup>2</sup>以上に、NiAl/Cr(200 Å)/CoCr<sub>12</sub>Pt<sub>12</sub>+8mol%SiO<sub>2</sub>/Cに対するHcrは、全てのMrtに対して、Cr(200 Å)/CoCr<sub>12</sub>Pt<sub>12</sub>+8mol%SiO<sub>2</sub>/Cに対する値よりも大きい。このことは、厚み600 ÅのCr層を有する媒体についても正しい。最後に、図9と図10とを比較すると、Hcrにおける低下は、Cr層を使用した場合（図10）には、Cr層を使用しない場合（図9）よりも顕著ではない。実際に、Hcrは、0.3 memu/cm<sup>2</sup>程度の低いMrtにおいてさえ、1800 Oeを越える実用的範囲内に保たれる。この場合も、この結果は、堆積の開始時点における良好なエビタキシャル成長性をもつ磁気記録層および殆ど（または主として）面内C軸配向（表1の格子整合により与えられる、Cr上でのエビタキシーの結果として）をもつ、十分に規定された単結晶を含む粒子の確立の結果であると考えられる。

【0043】図11は、Hcr対種結晶層の厚みの関係をプロットした図であり、NiAl種結晶層の結果と、Ti種結晶層の結果とを比較して示してある。2つの異なるCr中間層の厚み（即ち、200 Åおよび600 Å）を比較のために使用した。該磁気記録層用の合金は、図9および図10の実験で使用したもの、即ちCoCr<sub>12</sub>Pt<sub>12</sub>+8mol%SiO<sub>2</sub>と同一であり、厚み約200 Åであった。Mrtは0.6 memu/cm<sup>2</sup>に保った。図11のデータは、より厚いCr中間層が、与えられ種結晶層の厚みに対して、より高いHcrを与える点で、図10のデータと一致する。更に、TiおよびNiAlに

関する、Hcr 対種結晶層の厚みの曲線は、多かれ少なかれその形状は同一であり、このことはNiAl種結晶層に加えて、Ti種結晶層が、最終的な該磁気記録層のエピタキシャル成長用の、該Cr中間層の成長用の良好なプラットホームを与えることができることを示している。図11は、またTiまたはNiAl種結晶層を使用した場合には、ある範囲の種結晶層の厚みに渡り、比較的安定なHcr が得られることを示している。現在の録合的ディスクドライブシステムが、2000 Oe またはそれ以上の媒体飽和保磁力を必要としていることが理解されており、この飽和保磁力は、600 ÅまでのTiおよびNiAl種結晶層の厚みにおいて与えられる。(また、このことが、該種結晶層の厚みが該基板表面を覆うのに十分、例えば約100 Åであることのみが必要であり、また該種結晶層の機能の観点から、より厚い層の成長に対する技術的な制限は、実際上ないことにも注意すべきである)。

【0044】NiAl種結晶層およびTi種結晶層(エピタキシャル成長により得た)を有する媒体間の性能の類似性は、また図12に示した実験データによっても立証される。図12のデータに関連して、3つの異なる媒体を調製した。まず、厚み600 ÅのCr層を、直接超研磨基板上に堆積させた。CoCr<sub>12</sub>Pt<sub>12</sub>+8mol%SiO<sub>2</sub> 磁気記録層を、該Cr下層上に堆積し、かつ100 Åの炭素オーバーレイヤーを、該磁気記録層上に堆積させた。第二に、100 ÅのNiAl種結晶層を、超研磨基板上に堆積させた。600 ÅのCr中間層を、次いで該NiAl種結晶層上に堆積した。次いで、CoCr<sub>12</sub>Pt<sub>12</sub>+8mol%SiO<sub>2</sub> 磁気記録層を、堆積した。最後に100 Åの炭素オーバーコート、を該磁気記録層上に堆積させた。第三に、100 ÅのTi種結晶層を、該第二の媒体の該100 ÅのNiAl種結晶層と置換した。図12は、600 ÅのCr中間層上に、100 ÅのNiAl種結晶層を使用した媒体に対する、Hct のMrt 依存性は、600 ÅのCr中間層上に、100 ÅのTi種結晶層を使用した媒体に対するものと殆ど同一である。このことは、これらの結果を、種結晶層なしに、基板上に直接形成された600 ÅのCr層を有する媒体について得られた結果と比較した場合に明らかとなる。図12は、また与えられたMrt に対して、Ti種結晶層を使用した媒体についてのHct の値が約200 Oeだけ、NiAl種結晶層を使用した媒体の値よりも低いことを示している。しかしながら、NiAl種結晶層またはTi種結晶層の何れかを使用した媒体は、該Co合金磁気記録層と該Cr中間層との間の良好なエピタキシーに基づいて、0.3 mcmu/cm<sup>2</sup>程度の低いMrt で、2300 Oe を越え\*

#### ディスクデータ

| ディ<br>スク | 振幅             |                |                | 解像度<br>(%) | PW50<br>(ns) | OW<br>(dB) | WrtJtr<br>(mm) | TNLD<br>(%) |
|----------|----------------|----------------|----------------|------------|--------------|------------|----------------|-------------|
|          | 高周波数<br>(mVpp) | 中周波数<br>(mVpp) | 低周波数<br>(mVpp) |            |              |            |                |             |
| 1        | 0.1312         | 0.6097         | 0.8800         | 14.91      | 24.45        | 29.60      | 3.80           | 16.26       |
| 2        | 0.2040         | 0.7645         | 1.0409         | 19.59      | 23.43        | 38.72      | 5.41           | 10.36       |
| 3        | 0.1961         | 0.7829         | 1.0407         | 18.84      | 22.22        | 36.64      | 2.98           | 11.98       |

\*るHct を与えることができる。

【0045】もう一つの態様においては、CrとCuとの合金を、該種結晶層材料として使用する。図13に示したデータはCr-Cu 合金の2つの例を示し、その第一の例は5at%Cu含有合金であり、その第二の例は3at%Cu含有合金である。このフィルムは、3つのカソードを含む、特別あつたバッチ式真空堆積システムを使用して作成した。該第一のカソードは、該種結晶層の、R.F. マグネトロンスパッター用のものである。第二のカソードは、該中間層をR.F. マグネトロンスパッターするためのものである。該第三のカソードは、該磁性層をR.F. ダイオードスパッターするためのものである。スパッタリングは、 $1 \times 10^{-6}$  Torr以上で実施した。前に述べたように、該合金化成分の量は、Cr中への該当成分の最大固溶解度を丁度越えるように選択される。この場合、CuのCr中への最大固溶解度は、二成分合金相図(Binary Alloy Phase Diagrams), ASM, 1968, pp.819-820に報告されているように、約1at%である。

【0046】図13の実験に関連して、該2つのディスクの各々は、まず厚み200 ÅのCr-Cu合金の層を堆積することにより調製した。次いで、600 ÅのCr層を適用した。CoCr<sub>12</sub>Pt<sub>12</sub>+5mol%SiO<sub>2</sub> からなるCo合金を、次に堆積させた。比較のために、200 ÅのNiAl種結晶層を有し、該層の上に600 ÅのCr層を形成したディスクを調製し、かつテストした。図13に示したように、Cr-Cu 種結晶層を有するディスクに関するHcr 対Mrt の曲線は、その形状において、小さなMrt においてさえ、NiAl種結晶層およびCr下層に対する曲線と類似している。このことは、最大固溶解度(例えば、≒1at%)よりも幾分高いCu濃度を有するCr-Cu 合金が、種結晶層材料として使用可能であることを立証している。本明細書で提案している種々の種結晶層を使用した、Co合金とCrとの間の良好なエピタキシーは、図9のデータと図13のデータとを比較することにより、推定できる。しかしながら、所定の微細な粒径構造および本明細書に記載した種々の種結晶層を使用して得た磁性粒子間の良好な分離は、種々の種結晶層をもつディスクの磁気性能を測定し、かつ磁氣的測定の結果を、Cr下層を使用したディスクおよびNiP 下層を使用したディスクのデータと比較することによってのみ立証できる。これらの磁氣的測定の結果を以下の表2および表3に示す。

【0047】

【表2】

4 0.2039 0.7677 1.0360 19.68 23.06 37.58 5.17 10.46

## ディスク組成

| ディスク | Co合金   | 構造  | Hcr<br>(Oe) | Mrt<br>(memu/cm <sup>2</sup> ) |
|------|--|---|-------------|--------------------------------|
| 1    | CoCr <sub>11</sub> Pt <sub>13</sub> +SiO <sub>2</sub> (6%) | NiP (2%) / CRPS6 / 炭素<br>[80 Å / 210 Å / 100 Å]               | 2309        | 0.8                            |
| 2    | CoCr <sub>12</sub> Pt <sub>12</sub> +SiO <sub>2</sub> (8%) | Cr / CRPS8 / 炭素<br>[480 Å / 250 Å / 100 Å]                    | 2277        | 1.0                            |
| 3    | CoCr <sub>12</sub> Pt <sub>12</sub> +SiO <sub>2</sub> (8%) | NiAl / Cr / CRPS8 / 炭素<br>[150 Å / 200 Å / 250 Å / 100 Å]     | 2384        | 0.9                            |
| 4    | CoCr <sub>12</sub> Pt <sub>12</sub> +SiO <sub>2</sub> (8%) | NiP (2%) / Cr / CRPS8 / 炭素<br>[150 Å / 200 Å / 250 Å / 100 Å] | 2365        | 0.9                            |

## テストパラメータ

|              |               |                     |                         |
|--------------|---------------|---------------------|-------------------------|
| HF=51.86mhz= | 半径=0.87in     | 前置増幅器=SSI 32R2010R  | テスト: Guzik              |
| 158.118kfc   | (2.21cm)      |                     | RWA 1632/1701           |
| MF=25.93mhz= | 7200rpm=      | バラフィルタ=100MHZ       | ヘッド: シー                 |
| 79.06kfc     | 655 96ips     | 5 ボールバタース           | ゲート                     |
| OW=51.86mhz= | ジッタ=25.93mhz= | ジッタフィルタ=SSI Iw=35mA | 0 ~ピーク                  |
| 158.118kfc   | 79.06 kfc     | 32F8001, 30mHz, 0dB | I <sub>bias</sub> =12mA |

【0048】表2は従来技術および本発明により提案された種々の下層を使用して調製した4種の異なるディスクの、磁気記録性能の結果を示す。サンプルの調製およびその構造および合金を以下に説明する。

ディスク1: このディスクは、まずNiPをメッキしたAl基板上に、NiP+2mol%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の厚み約80Åの下層を堆積することにより調製した。次に、厚み約210ÅのCoCr<sub>11</sub>Pt<sub>13</sub>+6mol%SiO<sub>2</sub> 磁気記録層を、該NiP層上に堆積させた。次いで、厚み約100Åの炭素のオーバーコートをし、該磁気記録層上に堆積した。このディスクの堆積は、米国特許出願第08/286,653号に記載の順に従って、インラインスパッタリング装置内で実施した。平均Hcrは2309 Oeであった。

ディスク2: このディスクは、まずNiPをメッキしたAl基板上に、厚み約480ÅのCr下層を直接堆積することにより調製した。次に、厚み約250ÅのCoCr<sub>12</sub>Pt<sub>12</sub>+8mol%SiO<sub>2</sub> 磁気記録層を堆積させた。更に、厚み約100Åの炭素のオーバーコートを堆積した。これらのディスクは、リー等のEP0704839 A1により使用されたものと類似し、上記のアネルバスパッタリング装置中で製造した。平均Hcrは2277 Oeであった。

【0049】ディスク3: このディスクは、まずNiPをメッキしたAl基板上に、厚み約150ÅのNiAl種結晶層を直接堆積することにより調製した。次に、厚み約200ÅのCr中間層を、該NiAl種結晶層上に堆積した。次いで、厚み約250ÅのCoCr<sub>12</sub>Pt<sub>12</sub>+8mol%SiO<sub>2</sub> 磁気記録層を堆積させた。更に、厚み約100Åの炭素のオーバーコートを堆積した。このディスクは本発明の一態様を表す。全ての堆積は上記のアネルバスパッタリング装置中で実施した。平均Hcrは2384 Oeであった。

ディスク4: このディスクは、まずNiPをメッキしたAl \* 50

20 \* 基板上に、厚み約150ÅのNiP+2mol%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の下層を直接堆積することにより調製した。次に、厚み約200ÅのCr中間層を、該NiP層上に堆積した。次いで、厚み約250ÅのCoCr<sub>12</sub>Pt<sub>12</sub>+8mol%SiO<sub>2</sub> 磁気記録層を堆積させた。更に、厚み約100Åの炭素のオーバーコートを堆積した。全ての堆積は上記のアネルバスパッタリング装置中で実施した。平均Hcrは2365 Oeであった。

【0050】測定は、カリフォルニア州サンタクララのガジック(Guzik)社により製造されている、ガジック(Guzik)モデルRWA 1632/1701 スピンスタンド(Spinstand)を使用して実施した。カリフォルニア州スコットバレーのシーゲート(Seagate)により製造されている磁気抵抗(MR)磁気記録ヘッドモデルキューダ(Cuda) IV XLを使用した。ディスク回転数は7200 rpmであり、測定は半径0.87インチ(2.21cm)にて実施した。ヘッドバイアスは12mAゼロツーピークであり、ヘッド電流は35mAであった。高周波数ヘッドシグナルは51.86mhz(158.118 kfc i)、中周波数ヘッドシグナルは25.93mhz(79.06 kfc i)であった。オーバーライト周波数は51.86mhz(158.118 kfc i)および書き込みジッタ周波数は25.93mhz(79.06 kfc i)であった。ディスク1のOW、書き込みジッタ(WJ)およびTNLDの値と表2のディスク2、3および4に対する値との比較は、Co合金磁気記録層がCr層の上部に堆積された場合には、高いOW値および低いTNLD値が得られることを示している。これらの結果は、該Co合金が該Cr表面上でエピタキシャル成長することを示しており、また該Co合金が、主として該ディスクの面内で配向しているC軸をもつことを示唆している。

【0051】しかしながら、表2のディスク2、3および4の比較は、ディスク2および4のWJ値が、本発明の教示に従って形成したディスクであるディスク3の値の



殆ど2倍であることを示している。該Cr層をアモルファスNiP 基板表面に直接堆積した、ディスク2および該Cr層をスパッター堆積したアモルファスNiP+2mol%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層上に堆積した、ディスク4の高いWJ値は、大きなCr粒子の形成によるものであり、また該Coの該Cr上でのエピタキシャル成長の結果として、該Co粒子はディスク3の粒子よりも大きく成長している。本発明により教示されたように、該Cr中間層の下における種結晶層の使用（例えば、ディスク3）は、微細なCr粒子および結果として微細なCo合金粒子を生成し、これによりWJが低下する（ディスク2および4内で成長した大きなCo合金粒子の存在\*

#### ディスクデータ

| ディスク | 振幅          |             |             | 解像度 (%) | PW50 (ns) | OW (dB) | Wrt.Jtr (mm) | TNLD (%) |
|------|-------------|-------------|-------------|---------|-----------|---------|--------------|----------|
|      | 高周波数 (mVpp) | 中周波数 (mVpp) | 低周波数 (mVpp) |         |           |         |              |          |
| 5    | 0.205       | 0.653       | 0.825       | 79.10   | 35.42     | 35.53   | 3.26         | 14.25    |
| 6    | 0.209       | 0.689       | 0.874       | 78.88   | 35.85     | 37.70   | 3.45         | 15.10    |
| 7    | 0.232       | 0.706       | 0.0851      | 83.00   | 33.92     | 38.26   | 3.54         | 15.71    |

#### ディスク組成

| ディスク | Co合金   | 構造   | Hcr (Oe) | Mrt (memu/cm <sup>2</sup> ) |
|------|--|--|----------|-----------------------------|
| 5    | CoCr <sub>12</sub> Pt <sub>12</sub> +SiO <sub>2</sub> (8%) | Ti/Cr/CRPS/炭素<br>[100 Å/600 Å/210 Å/100 Å]   | 2198     | 0.85                        |
| 6    | CoCr <sub>12</sub> Pt <sub>12</sub> +SiO <sub>2</sub> (8%) | Ti/Cr/CRPS/炭素<br>[300 Å/400 Å/240 Å/100 Å]   | 2181     | 0.96                        |
| 7    | CoCr <sub>12</sub> Pt <sub>12</sub> +SiO <sub>2</sub> (8%) | NiAl/Cr/CRPS/炭素<br>[150 Å/400 Å/200 Å/100 Å] | 2383     | 0.81                        |

#### テストパラメータ

|                      |                     |                                 |   |
|----------------------|---------------------|---------------------------------|---|
| HF=30.58mhz= 161 kfc | 半径=0.862in (2.19cm) | 前置増幅器=SSI 2010R                 | テスト: Guzik RWA 1632/1701                            |
| MF=15.29mhz= 81 kfc  | 4200rpm= 379 ips    | パラフィルタ=100MHZ                   | ヘッド: 東芝 MR2   |
| OW=15.29mhz          | ジッタ=15.29mhz        | ジッタフィルタ=SSI 32F8001, 13mHz, 4dB | I <sub>w</sub> =30mA 0 ~ピーク I <sub>bias</sub> =10mA |

【0053】ディスク5: このディスクは、まずNiP をメッキしたAl基板上に、厚み約100 ÅのTi種結晶層を堆積することにより調製した。次いで、厚み約600 ÅのCr中間層を、該Ti種結晶層上に堆積した。次いで、厚み約200 ÅのCoCr<sub>12</sub>Pt<sub>12</sub>+8mol%SiO<sub>2</sub> 磁気記録層を堆積させた。更に、厚み約100 Åの炭素のオーバーコート層を堆積した。全ての堆積は上記のアネルバスパッタリング装置中で実施した。平均Hcr は2198 Oe であり、またMrt は0.85memu/cm<sup>2</sup>であった。

ディスク6: このディスクは、まずNiP をメッキしたAl基板上に、厚み約300 ÅのTi種結晶層を堆積することにより調製した。次いで、厚み約400 ÅのCr中間層を、該Ti種結晶層上に堆積した。次いで、厚み約200 ÅのCoCr<sub>12</sub>Pt<sub>12</sub>+8mol%SiO<sub>2</sub> 磁気記録層を堆積させた。更に、厚み約100 Åの炭素のオーバーコート層を堆積した。全ての堆積は上記のアネルバスパッタリング装置中で実施し※50

\*の更なる証拠は、以下に示めされるであろう。これらの結果は、本発明の教示を利用して製作したディスクが、優れたOWおよびTNLD、同時に低いWJおよび結果として低い固有の媒体ノイズを示す点において、従来技術のディスクよりも優れていることを立証している。本発明のもう一つの態様においては、種々の厚みのTi種結晶層およびCr中間層を使用したディスクを調製した。これらのディスクの磁気特性を、表3におけるNiAl種結晶層を使用して調製したディスクと比較した。

【0052】

【表3】

※た。平均Hcr は2181 Oe であり、またMrt は0.96memu/cm<sup>2</sup>であった。

ディスク7: このディスクは、まずNiP をメッキしたAl基板上に、厚み約150 ÅのNiAl種結晶層を堆積することにより調製した。次いで、厚み約400 ÅのCr中間層を、該NiAl種結晶層上に堆積した。次いで、厚み約200 ÅのCoCr<sub>12</sub>Pt<sub>12</sub>+8mol%SiO<sub>2</sub> 磁気記録層を堆積させた。更に、厚み約100 Åの炭素のオーバーコート層を堆積した。全ての堆積は上記のアネルバスパッタリング装置中で実施した。平均Hcr は2383 Oe であり、またMrt は0.81memu/cm<sup>2</sup>であった。

【0054】測定は、カリフォルニア州サンタクララのガジック(Guzik) 社により製造されている、ガジック(Guzik) RWA 1632/1701 スピンスタンド(Spinstand) を使用して実施した。日本国の東芝により製造されている磁気抵抗(MR)磁気記録ヘッドモデルMR2を使用した。ディ

スク回転数は4200 rpmであり、測定は半径0.862 インチ (2.19cm)にて実施した。ヘッドバイアスは10mAゼロトゥピークであり、ヘッド電流は30mAであった。高周波数ヘッドシグナルは30.58mhz(181 kfcf)、中周波数ヘッドシグナルは15.29mhz(79.06 kfcf)および低周波数ヘッドシグナルは5.10mhz(27 kfcf)であった。書き込みジッタおよび0W周波数は15.29mhz(79.06 kfcf)であった。表3に示されたディスクに関する記録性能パラメータは、Ti種結晶層の使用がほぼ同一のMrt(即ち、ほぼ同一の低周波振幅)に対して、NiAl種結晶層を使用したものと殆ど同等なTNLD、0Wおよび書き込みジッタを与え、また僅かに低いWc(約200 Oe低い)を与えることを示している。このことは、Ti種結晶層が、NiAl種結晶層と同様に効果的に機能し得ることを示している。

【0055】図14A、14B、15A、15B、16Aおよび16Bは、それぞれ表2のディスク2、3および4の、同じ倍率の下での、TEM 断面を示す。ディスク2の図14A(明視野像)および図14B(暗視野像)並びにディスク4の図16A(明視野像)および図16B(暗視野像)は、これらディスク内に形成したCr粒子が著しく大きく、また結果としてエピタキシャル成長したCo合金粒子も該Cr下層と同程度に大きいことを示している。一方、ディスク3の図15A(明視野像)および図15B(暗視野像)においては、該Cr中間層および該エピタキシャル成長したCo合金層両者に対して、かなり小さな粒子が生成されていることが理解できる。ディスク3を表す図6の平面図は、100 Å未満の径をもつ粒子(かつ十分に分離された粒子)を示し、かつ図15Aおよび15Bに示された微細粒子構造を確認している。図14A乃至16Bは、極めて微細な結晶粒の種結晶層を含む核生成層が、極めて微細な粒子からなるエピタキシャル成長したCo合金フィルムを製造するための基礎をなし得る、という我々の仮説を実証している。図15Bを参照すると、その暗視野像は、該Cr中間層24と該CoPt磁性合金層16の粒子との間に、良好な粒子-粒子エピタキシーが存在することを示す(例えば、コラムの均一な淡い色は、該層間の結晶学的面の厳密な整合性を示す)。ディスク3を表す図4の断面は、高倍率TEMの下での良好なエピタキシーを示す。

【0056】更に、微細粒径の種結晶層の、粒子分離のための大角粒界を与える能力が、例えば図15Bに見られるように、粒子間の暗視野像のコントラスト強度の変化により立証されている。これらの大角粒界は、セグリガントが該粒界まで拡散することを可能とし、かくして該粒子を分離し、結果として著しく低い固有の媒体ノイズおよび高い0Wおよび低いTNLDを与える。日本国特許出願第5-197944号(シミズ(Shimizu)等)に記載されている如く、該磁性合金との混合状態でのSiO<sub>2</sub>の存在は、最小の書き込みジッタノイズを保証するための十分条件ではないことに注意すべきである。事実、シミズ(Shimizu)等の公開された、「CoPtCr複合磁性薄膜(CoPtCr Compos

ite Magnetic Thin Films)」と題する研究は、未混合CoPt<sub>18</sub>Cr<sub>12</sub> および複合CoPt<sub>18</sub>Cr<sub>12</sub>+SiO<sub>2</sub>フィルムのTEM 顕微鏡写真を示す。この文献は、「該粒界は何れのフィルムにおいても明瞭ではなく、このことは該粒界が極めて微細な構造であることを示す。エネルギー分散X-分析(EDX)は、Si原子が、粒界における如何なる認知可能なセグリゲーションをも示すことなしに、該複合フィルム全体にわたり均一に分布していることを明らかにした」と述べている。

【0057】我々は、は、シミズ(Shimizu)等のCoCrPt+SiO<sub>2</sub>混合物における媒体ノイズの低下が、主として粒径の減少、即ちグレイノイズの低下により生ずるものであると考える。しかしながら、粒径のみの減少は、媒体ノイズに対するより支配的な寄与因子である交換結合により生ずるノイズの減少を与えない。このことは、シミズ(Shimizu)等により教示された方法(即ち、組織化された核生成層を使用しない)によっては、該磁性粒子間の完全な分離(即ち、完全な交換結合の遮断)を達成することはできないことを示している。前に述べたように、粒子間交換により誘起されるノイズを、完全に排除して、ノイズを最小にする必要がある。我々が発見したように、これは、適当な組織化された核生成層(例えば、上記の種結晶層+中間層、または我々の継続中の特許出願第08/286,653号において論じたNiPt+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>核生成層)を使用して、該絶縁性セグリガントのセグリゲーションを容易にした場合においてのみ起こり得るものである。本発明の教示により与えられるような、極めて低い固有の媒体ノイズは、ディスク1、2および3の規格化された総合媒体ノイズパワー(normalized integrated media noise powers:MNP)を比較することにより明らかとなる。この総合ノイズパワーを、各ディスクに対するMrt(または低周波振幅)の値に規格化して、該データの意味のある比較を行った。図14は、線形記録密度(kfcf)の関数として、ディスク1、2および3のMNP データを示す図である。図示した如く、ディスク3(本発明によるディスク)のMNP は、ディスク1(Cr下層のみを使用)の値の約1/2である。

【0058】更に、図17は、本発明により得られたMNP が従来技術よりも十分に低いことを示している。例えば、リー等はそのEP0 特許出願EP 0704839A1号の第15図において、彼等のNiAl下層をもつ媒体と、Cr下層のみをもつ媒体との間のMNP における比較的僅かな差異、即ち107 kfcfにおける10% 未満の改善を示し、またかれらの特許における第16図において、約20% の107 kfcfにおける改善を示す。この事実と、本発明により教示されたような、組織化された核生成層をもつ媒体(種結晶層/Cr中間層)と、Cr下層のみをもつ媒体との間の、本発明の図17に見られるような、107 kfcfにおける約54% を越えるMNP 値の差異と比較すべきである。この差異は、本発明の組織化された核生成層(種結晶層/Cr中間層構造)

の、このような構造を使用しない構造のノイズ性能を110%越える、改善されたノイズ性能に等しい。図18は、表2の媒体の非一線形歪(%)を、線形記録密度の関数として示す図である。図示したように、本発明のディスク3のTNLDは、各kfc1に対して、見掛け上はCr下層のみを使用した(即ち、大きなCo粒子を含む)ディスク2の値と同程度に低い。一方、ディスク1は、測定した周波数範囲、特に100 kfc1以上において、本発明のディスクよりも高いNLDを示す。従って、図15から、本発明に従って組織化された核生成層を使用した媒体が、例えば公知技術のアモルファスのスパッター堆積したNiPと比較して、優れたTNLDを与えることは明白である。概して、上記の実験的証拠は、本発明を利用して作成した媒体が、公知技術と比較して、優れた媒体ノイズ、0WおよびTNLDを与えることを示している。また、本研究は、我々の媒体ノイズパワー測定の結果およびTi並びにCr-Cu種結晶層に関するデータに基づいて、本発明がリー等のおよびシミズ等の公知技術とは全く異なることを立証している。

【0059】本発明による磁気記録媒体は、典型的には図19に示されたディスクドライブ100で使用する。該ドライブにおいて、ディスク10はロータシャフト102に搭載され、該シャフトはまたモータ104により回転される。一対の読み取り一書き込みヘッド106a、106bが結合したアーム108a、108bの端部に取付けられている。ヘッド106a、106bはフェライトヘッド、薄膜ヘッド、磁気抵抗ヘッド、またはその他の型の読み取り一書き込みヘッドであり得る。ヘッド106a、106bはディスク10近傍で浮動し、該ディスク近傍で該ヘッドは、それぞれディスク10の側面110a、110b上で、該磁気フィルムにデータを書き込み、かつデータをそこから読み取ることができる。アーム108a、108bは内側および外側(それぞれ112および114の方向)に動くことができ、結果としてヘッド106a、106bが該ディスクの種々の位置におけるデータトラックとアクセスすることが可能となる。アーム108a、108bの運動は、サーボモータ(図示せず)により制御される。ディスクドライブの例は、米国特許第4,949,202号(キム(Kim))、同第5,025,335号(ステファンスキー(Stefansky))、同第5,027,241号(ハッチ(Hatch))および同第5,025,336号(モアハウス(Morehouse))に記載されている。これら特許各々を本発明の参考文献とする。本発明の磁気記録媒体は、他の型のディスクドライブにも組み込むことができる。以上本発明を特定の態様に関連して説明してきたが、当業者は、本発明の精神並びに範囲を逸脱することなしに、種々の改良を施すことができることを理解するであろう。例えば、本発明を、単一の磁気記録層を有する媒体により説明してきたが、本発明の幾つかの用途においては、多数の磁気記録層を使用すること等が可能である。従って、上記の特定の説明は、本発明の態様の例として提示したものであり、本発明の

範囲を限定するものと理解すべきではない。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に従って組み立てた、剛性薄膜磁気ディスクの断面を示す。

【図2】本発明の一態様による、剛性磁気記録媒体の断面図である。

【図3】本発明の磁気記録層の断面を示す平面図である。

【図4】本発明による媒体の断面の顕微鏡写真であり、Cr中間層の粒子とCo-Pt合金磁気記録層の粒子との間のエピタキシャル関係を示す。

【図5】本発明による媒体の断面の顕微鏡写真であり、Cr中間層の粒子とCo-Pt合金磁気記録層の粒子との間のエピタキシャル関係を示す。

【図6】本発明によるCo-Pt合金磁気記録層の、フィルム面に対して垂直方向にとったTEM像である。

【図7】本発明による、150 ÅのNiAl種結晶層、600 ÅのCr中間層、および200 ÅのCoCr<sub>0.12</sub>Pt<sub>0.12</sub>+8mol%SiO<sub>2</sub>磁気記録層並びに100 Åの炭素オーバーコートが多層ディスク構造の、破壊断面の高解像度SEM顕微鏡写真である。

【図8】図7と同様な、破壊面において撮影した高解像度SEM顕微鏡写真であるが、このディスクは150 ÅのNiP+2%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>下層、600 ÅのCr層、次いで200 ÅのCoCr<sub>0.12</sub>Pt<sub>0.12</sub>+6mol%SiO<sub>2</sub>フィルム層並びに100 Åの炭素オーバーコートからなる、多層構造をもつものである。

【図9】2種の異なる記録媒体に関するMrt対Hcrを比較したグラフであり、第一の媒体は厚み150 ÅのアモルファスNiP+2%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>下層を有し、その上にはCoCr<sub>0.12</sub>Pt<sub>0.12</sub>+8mol%SiO<sub>2</sub>磁気記録層が形成されており、また第二の媒体は厚み600 Åの結晶性Cr下層を有し、その上に同一の磁気記録層が形成されている。

【図10】2種の媒体に関するHcr対Mrtをプロットしたグラフである。該第一の媒体は厚み200 ÅのCr下層を有し、第二の媒体は厚み600 ÅのCr下層を有する。また、これら両者のそれぞれNiAl種結晶層をもつものおよびもたないもの両者について検討した。

【図11】Hcr対種結晶層の厚みのプロットであり、NiAlの種結晶層およびTiの種結晶層についての結果を比較して示してある。

【図12】3種の媒体のHcr対Mrtをプロットしたグラフである。該第一の媒体は基板上に直接堆積された厚み600 ÅのCr層をもち、第二の媒体は厚み100 ÅのNiAl種結晶層および厚み600 ÅのCr中間層からなる、組織化された核生成層を含む媒体であり、また第三の媒体は厚み100 ÅのTi種結晶層および厚み600 ÅのCr中間層からなる、組織化された核生成層を含む媒体である。

【図13】基板上に直接堆積されたCr下層を有し、NiAlおよびCrの組織化された核生成層を有する媒体およびCr-CuとCrとの組織化された核生成層を有する(一方はCr-3

%Cu であり、他方はCr-5%Cu である) 2つの媒体についての、Hcr 対Mrt をプロットしたグラフである。

【図14A】図14のAは、表2のディスク2の、同一倍率の下での、TEM 断面を示す図である。

【図14B】図14のBは、表2のディスク2の、同一倍率の下での、TEM 断面を示す図である。

【図15A】図15のAは、表2のディスク3の、同一倍率の下での、TEM 断面を示す図である。

【図15B】図15のBは、表2のディスク3の、同一倍率の下での、TEM 断面を示す図である。

【図16A】図16のAは、表2のディスク4の、同一倍率の下での、TEM 断面を示す図である。

【図16B】図16のBは、表2のディスク4の、同一倍率の下での、TEM 断面を示す図である。

【図17】従来技術および本発明の幾つかの媒体についての、規格化された総合媒体ノイズパワー対線形記録密度のプロットである。

【図18】従来技術および本発明の幾つかの媒体についての、非一線形歪対線形記録密度のプロットである。

【図19】本発明の磁気記録媒体を組み込んだ、ディスク

ドライブを示す。

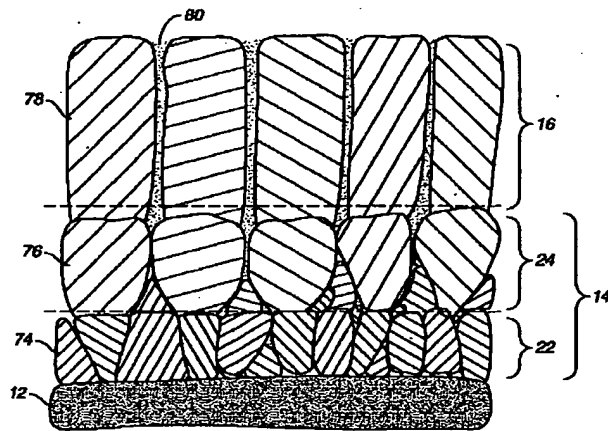
【符号の説明】

- 10.....ディスク
- 12.....基板
- 14.....組織化された核生成層
- 16.....磁気記録層
- 18.....保護オーバーレイヤー
- 20.....潤滑層
- 22.....種結晶層
- 24.....中間層
- 74.....ランダムに配向した別々の粒子
- 76.....Cr粒子
- 78.....Co合金粒子
- 80.....セグリガント
- 100.....ディスクドライブ
- 102.....ローターシャフト
- 104.....モータ
- 106a, 106b.....読み取り-書き込みヘッド
- 108a, 108b.....アーム

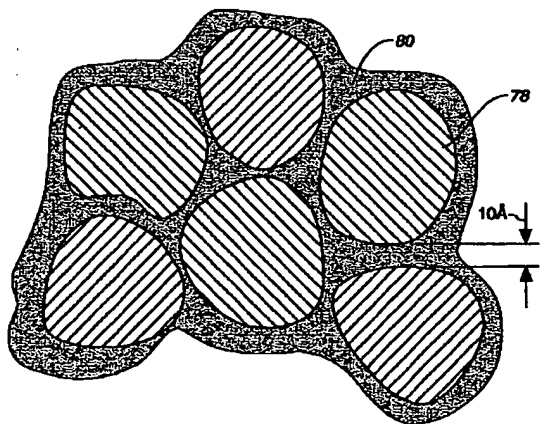
【図1】



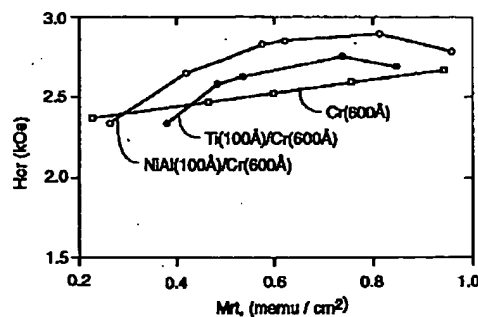
【図2】



【図3】

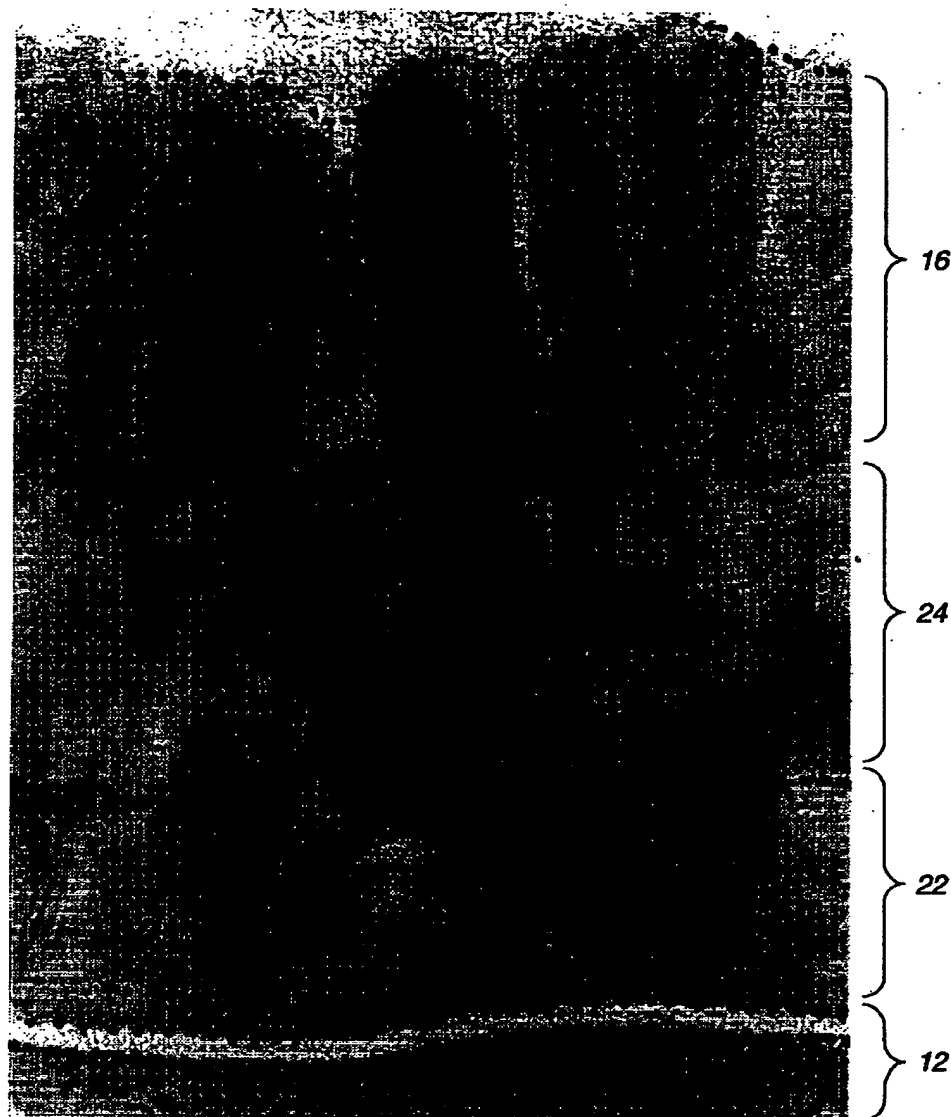


【図12】

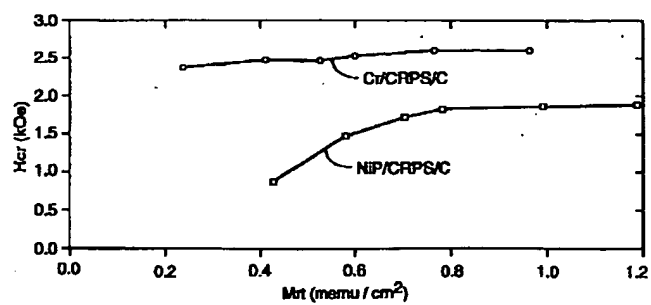


【図4】

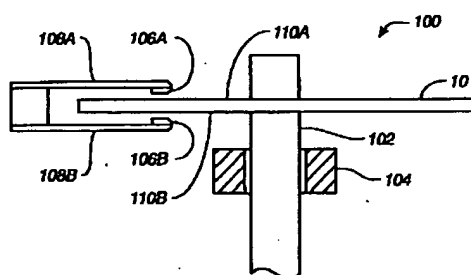
図面代用写真



【図9】

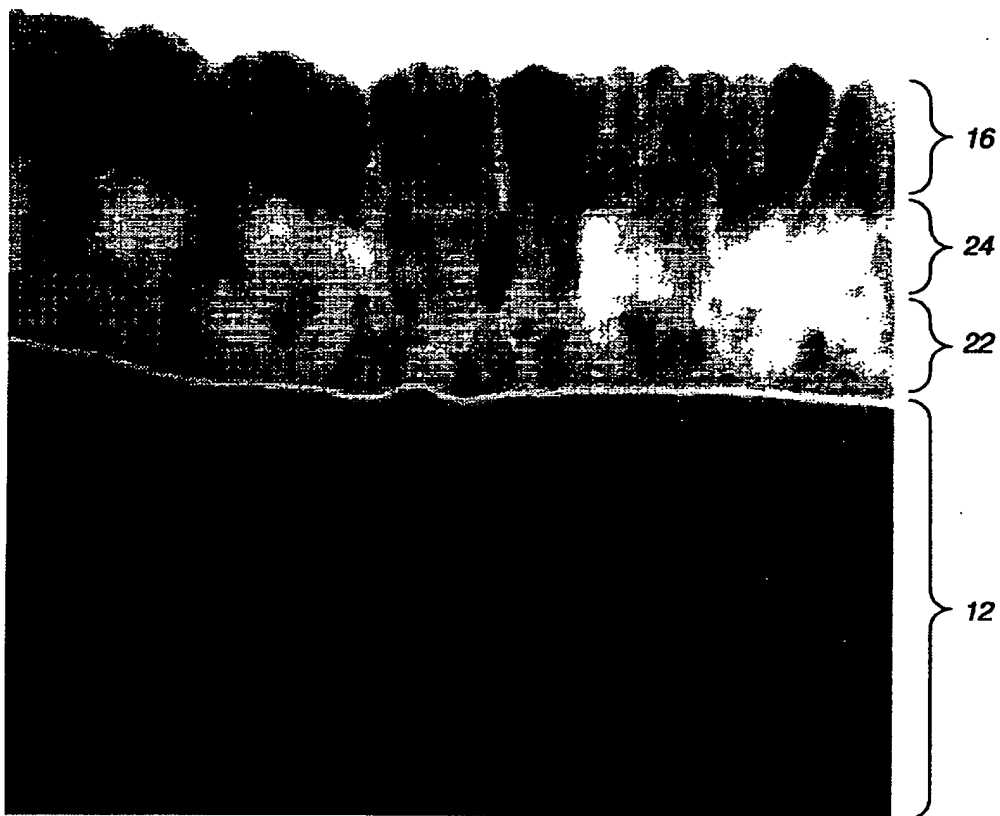


【図19】



【図5】

図面代用写真



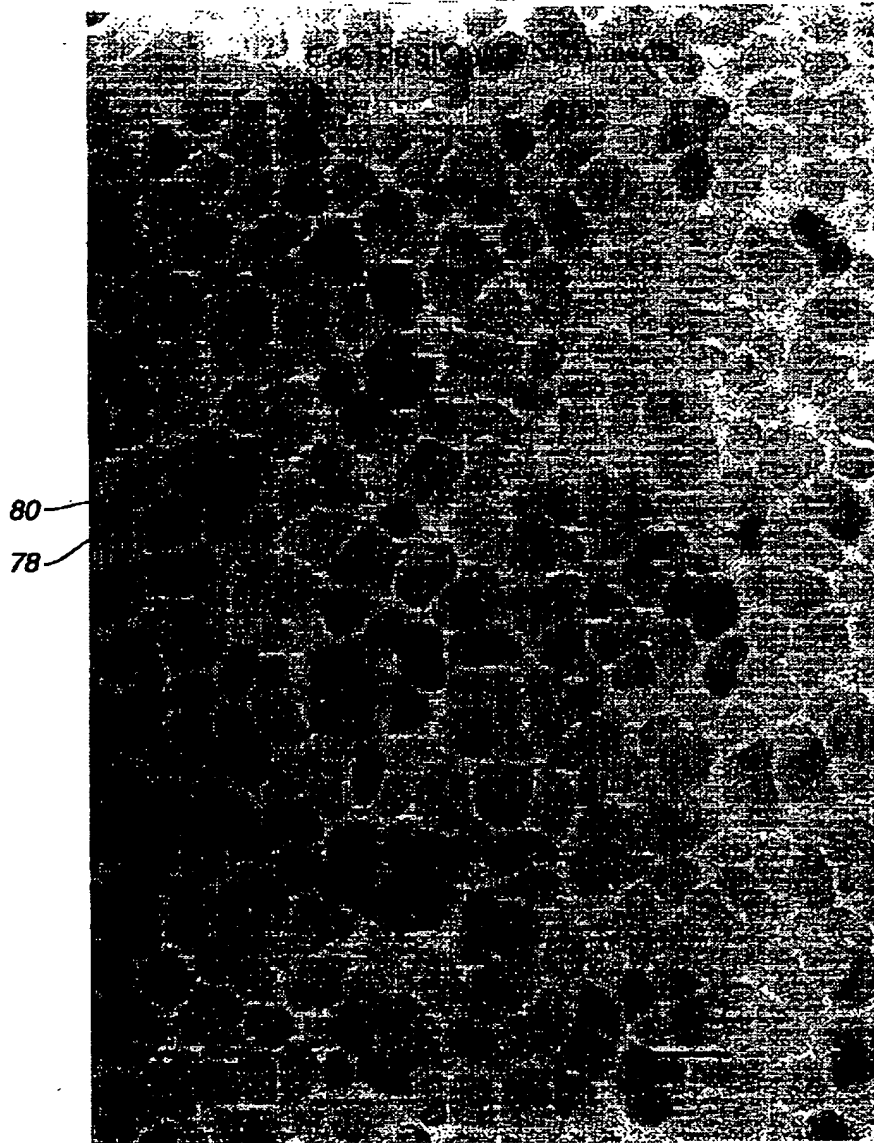
【図8】

図面代用写真



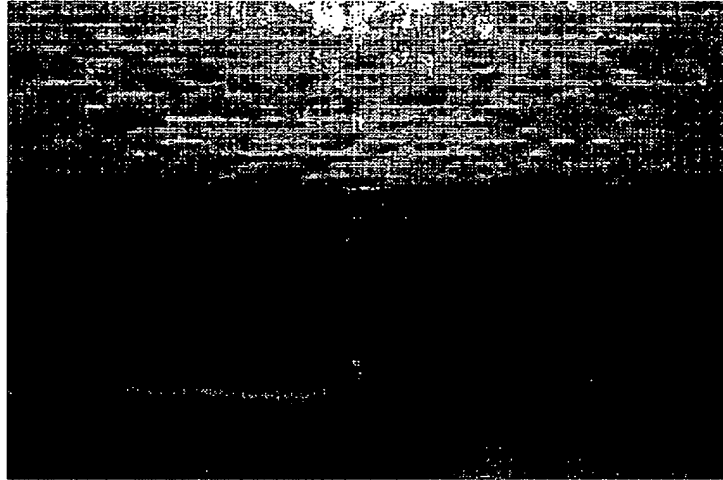
【図6】

図面代用写真

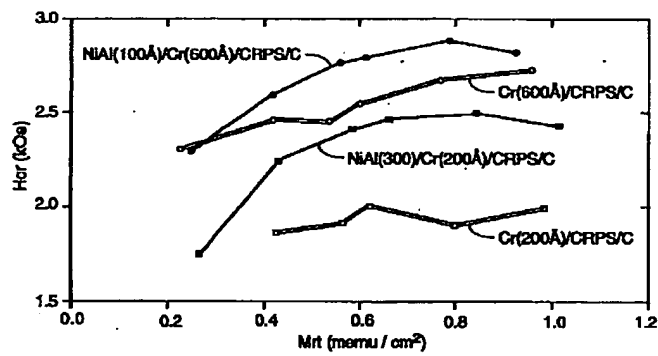


【図7】

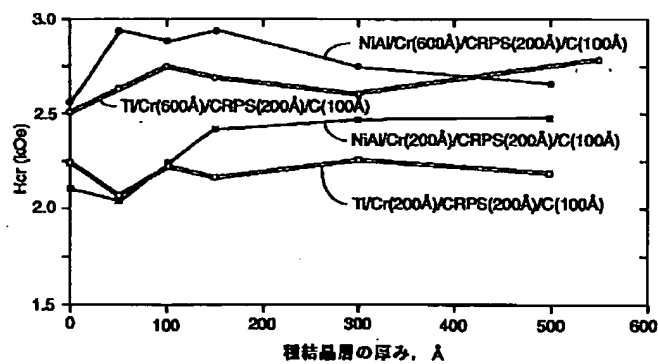
図面代用写真



【図10】

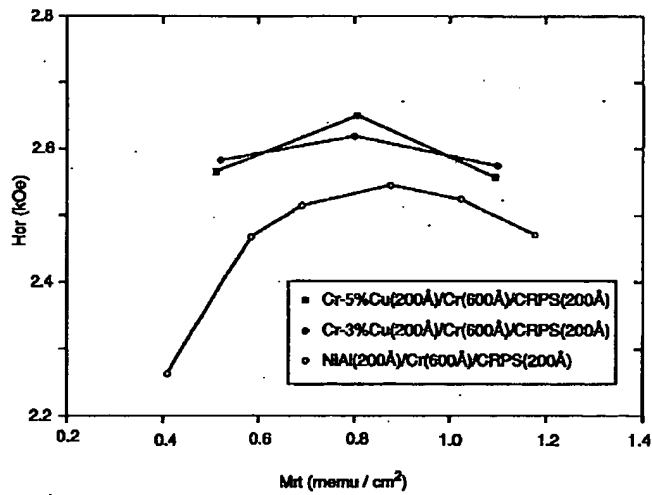


【図11】

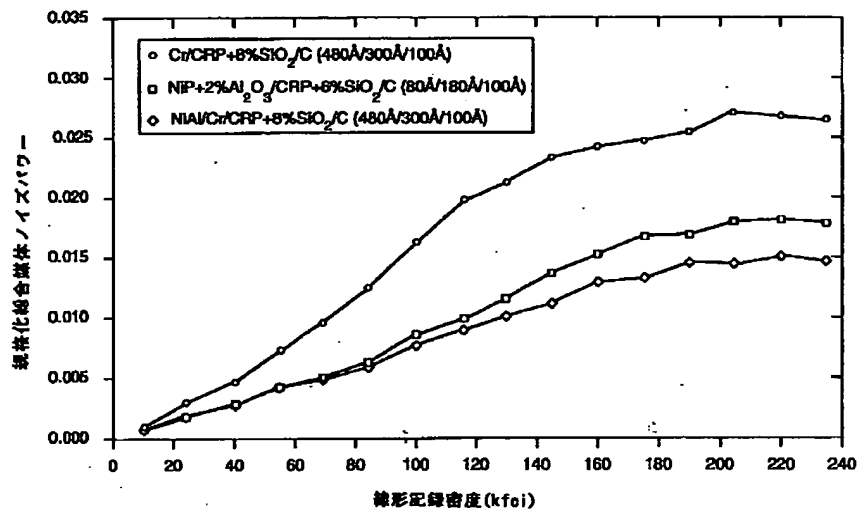




【図13】

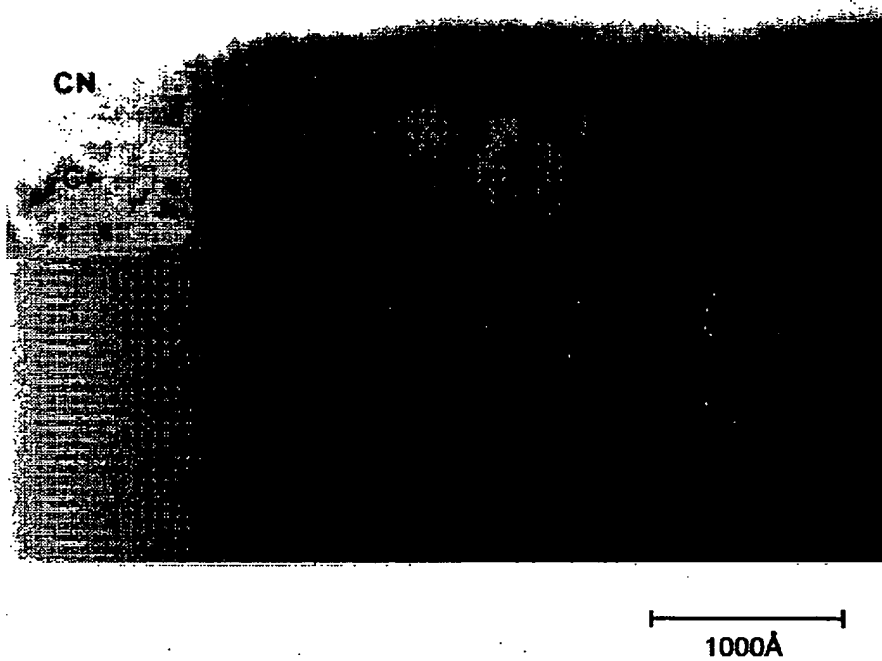


【図17】



【図14A】

図面代用写真



【図14B】

図面代用写真



1000Å

【図15A】

図面代用写真



1000Å

【図15B】

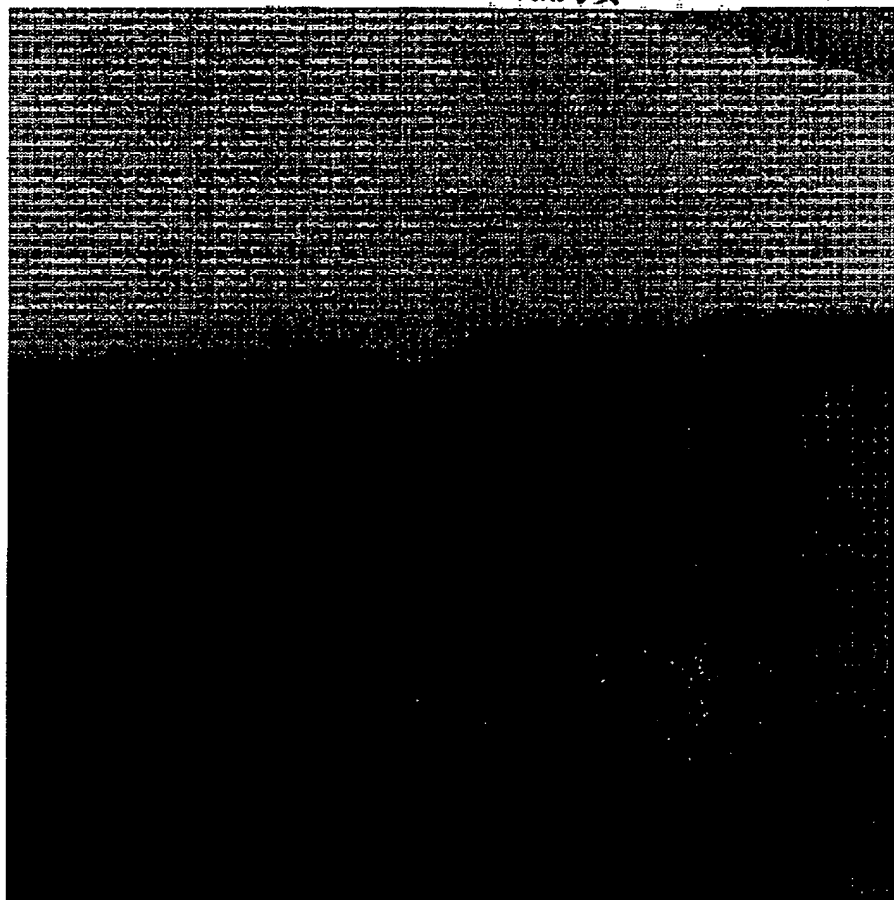
図面代用写真



1000Å

【図16A】

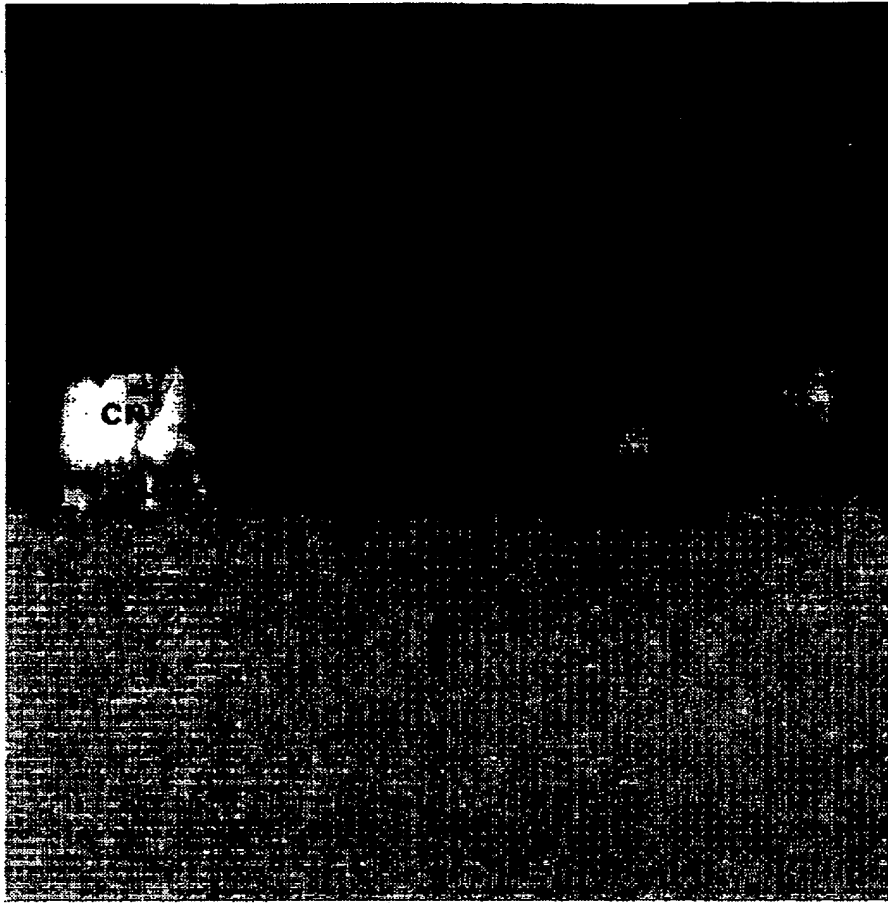
図面代用写真



1000Å

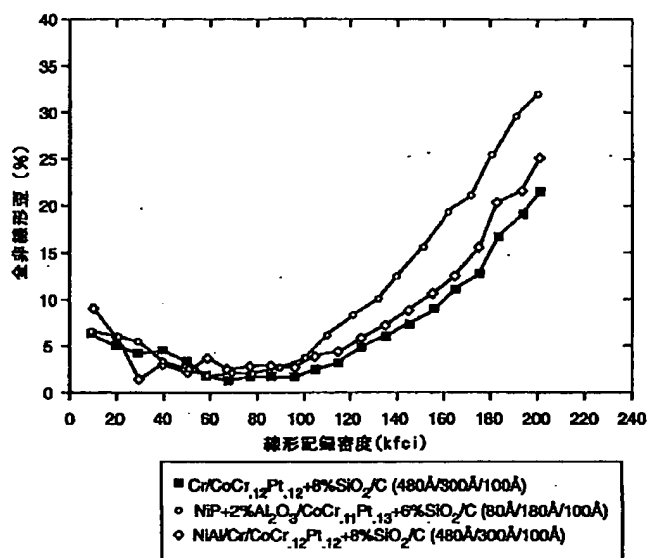
【図16B】

図面代用写真



1000Å

【図18】



フロントページの続き

(72)発明者 今川 誠  
山形県米沢市東2-3-23-102  
(72)発明者 御手洗 和彦  
山形県米沢市東2-4-10-201

(72)発明者 キャロリン エイ ロス  
アメリカ合衆国 カリフォルニア州  
94043 マウンテン ヴィュー サイプレ  
ス ポイント ドライヴ 505 アパート  
メント 136



## 【外国語明細書】

---

Magnetic Alloy Having a Structured Nucleation Layer and Method for  
Manufacturing Same

---

This is a continuation-in-part of U.S. patent application serial no. 08/286,653, filed August 5, 1994, which is a continuation of U.S. patent application serial no. 08/223,636, filed April 6, 1994, and U.S. patent application serial no. 08/189,088, filed Jan. 28, 1994, and a continuation-in-part of U.S. patent application serial no. 08/733,860, filed October 18, 1996, each of said applications being incorporated herein by reference.

**FIELD OF THE INVENTION**

The present invention relates generally to the manufacture of magnetic recording media used in rigid disc drives commonly used for computer data storage. In particular, the present invention is a magnetic medium, and a method for forming such a medium, comprising a seed layer, an intermediate layer, and a magnetic alloy recording layer including a selected segregant, deposited in that order upon a substrate. The magnetic alloy recording layer is epitaxially grown on the intermediate layer. High squareness and simultaneously low noise and low non linear transition shift are achieved.

## BACKGROUND

Recording performance for magnetic disks is commonly determined by several basic characteristics, including -- half-amplitude pulse width (PW50), overwrite (OW), noise, and total non linear distortion (TNLD). A wide PW50 means that adjacent bits are crowded together, resulting in adjoining bits interfering with one another. This interference is termed inter-symbol interference. Excessive inter-symbol interference limits the linear packing density of bits in a given track, hence reducing the packing density in a given area, and hence limiting the recording capacity of the magnetic media. Thus, narrow PW50 allows for higher recording density.

One means of reducing (or narrowing) PW50 is to reduce the thickness of the magnetic layer of the medium. Another means of reducing PW50 is to increase hysteresis loop squareness ("S", including coercivity squareness "S\*" and remanent coercivity squareness "S\*<sub>rem</sub>"), and narrow the switching field distribution ("SFD"), as described by William and Comstock in "An Analytical Model of the Write Process in Digital Magnetic Recording," A.I.P. Conf. Proc. Mag. Materials 5, p. 738 (1971). Yet another means for reducing the PW50 is to increase the coercivity ("H<sub>c</sub>") of the medium.

Overwrite ("OW") is a measure of the ability of the medium to accommodate overwriting of existing data. That is, OW is a measure of what remains of a first signal after a second signal (for example of a different frequency) has been written over it on the medium. OW is low, or poor when a significant amount of the first signal remains. OW is generally affected by the coercivity, the squareness, and the SFD of the medium. For future high density

recording, higher  $H_c$  media will be preferred. However, gains in  $H_c$  are generally accompanied by losses in OW. Thus, there is a need in the art to improve the  $S^*$  and the SFD to obtain improvements in OW.

Noise performance of a magnetic film is typically defined in terms of read jitter and write jitter. Read jitter is primarily determined by the amount of signal available from a bit, and the head noise plus electronic noise in the channel. A thicker magnetic film will typically provide reduced read jitter. Write jitter is determined by the intrinsic noise of the film. Intrinsic media noise has been theoretically modeled by Zhu et al. in "Micromagnetic Studies of Thin Metallic Films", J. Appl. Phys., vol. 63, no. 8, p. 3248 (1988), which is incorporated by reference herein. Chen et al. describe the source of intrinsic media noise in "Physical Origin of Limits in the Performance of Thin-Film Longitudinal Recording Media," IEEE Trans. Mag., vol. 24, no. 6, p. 2700 (1988), which is also incorporated by reference herein.

The primary source of intrinsic noise in thin film media is from intergranular exchange coupling, resulting in relatively large magnetic domains. In the following description, "magnetic grain" refers to physically discrete particles of magnetic material, while "magnetic domain" refers to one or more magnetic grains which, due to exchange coupling (magnetic interaction between the grains), switch together in the presence of a magnetic field. In general, a higher intergranular exchange results in higher  $S^*$  and lower SFD due to the cooperative switching of magnetic grains. However, a high exchange interaction results in higher intrinsic noise due to formation of large magnetic domains. The noise from intergranular exchange coupling can be reduced by isolating the individual grains. This may be accomplished by physically spacing the grains

apart from one another as described by Chen et al. in the aforementioned "Physical Origin of Limits in the Performance of Thin-Film Longitudinal Recording Media". The amount of separation need be only a few angstroms for there to be a significant reduction in intergranular exchange coupling.

There is another intergranular interaction, called magnetostatic interaction, which acts over a much greater distance between particles as compared to the exchange interaction. Reducing the magnetostatic interaction does reduce intrinsic media noise slightly. However, the effects of magnetostatic interaction actually improve hysteresis loop squareness and narrow the switching field distribution (but to a lesser extent than the exchange interaction), and hence improve PW50 and OW. Therefore, magnetostatic interaction is generally desirable and hence tolerated.

TNLD is the result of intersymbol interference between adjacent bits. It is the partial erasure of a bit at the transition during writing. TNLD can be reduced by increasing the coercivity and reducing the remanent magnetization-thickness product (" $M_r t$ ", where  $M_r$  is the remanent magnetization and  $t$  is thickness of the magnetic layer), and is believed to be generally described by the micromagnetic theory. Magnetic film composition and deposition processes may be used to reduce TNLD. Since TNLD increases as the recording density increases, it is becoming an increasingly critical parameter as recording density increases, and magnetic film compositions and deposition processes must be developed to optimize this parameter.

In order to obtain the best performance from the magnetic media, each of the above criteria -- PW50, overwrite, noise, and TNLD -- must be optimized.

This is a formidable task, as each of these performance criteria are interrelated. For example, obtaining a narrower PW50 and reducing TNLD by increasing  $H_c$  will adversely affect overwrite, since increasing  $H_c$  degrades overwrite. A thinner medium having a lower  $M_{rt}$  yields a narrower PW50, better OW, and lower TNLD, however the noise increases because the media signal is reduced. Increasing squareness of the hysteresis loop contributes to narrower PW50, better OW, and lower TNLD, but may increase noise due to intergranular exchange coupling and magnetostatic interaction. (The dominant intrinsic noise in the media is the noise arising from intergranular exchange coupling.) Since it is a known goal to eliminate intergranular exchange coupling to reduce the major intrinsic media noise, the amount that PW50 may be narrowed, OW improved, and TNLD lowered has heretofore been limited by the increase in tolerable noise level arising from the magnetostatic interaction of the media.

Therefore, an optimal thin film magnetic recording medium for high density recording applications, i.e., that can support high bit densities, will require low noise without adversely sacrificing PW50, OW and TNLD. One type of magnetic medium which has allowed optimizing certain of the above performance criteria is based on alloys of cobalt (Co) and platinum (Pt), due to the alloys' ability to provide high  $H_c$  and high magnetic moment.

The media noise of CoPt based alloys can be reduced by a number of different approaches, but as described in the following, these methods suffer from loss of hysteresis loop squareness (i.e., lower  $S^*$  and higher SFD), increased PW50, decreased OW, increased TNLD, and other disadvantages. One such approach described by Chen et al. in the aforementioned "Physical Origin of Limits in the Performance of Thin-Film Longitudinal Recording Media" teaches

deposition of the magnetic alloy by sputtering in a high argon pressure environment. Basically, the application of high argon pressure results in isolated, exchange decoupled grains. Although media noise is reduced,  $S^*$  and  $OW$  are decreased, and  $SFD$  increased resulting in an increase in  $PW50$ .

In another approach, taught by Howard et al. in U.S. Patent no. 5,066,552, in order to decrease the media noise oxygen is introduced into the magnetic film in a concentration of 5 to 30 atomic percent (at.%). Howard et al. teach the formation of a magnetic layer by vacuum sputtering in an argon atmosphere into which oxygen has been introduced. Oxygen is thereby introduced into the magnetic layer from the sputtering environment. However, as pointed out by Howard et al. in said patent, introducing oxygen decreases both  $H_c$  and  $S^*$ .

Howard et al.'s U.S. Patent no. 5,062,938, teaches oxidizing the magnetic grains after growth. However, there are a number of additional shortfalls to the approaches taught by Howard et al. ('938) First, the additional step of oxidizing a sputtered layer after depositing an impurity adds to the manufacturing complexity and cost. Second, nothing is taught about controlling the formation of the oxides. Third, nothing is taught about controlling grain size and grain uniformity.

Yet another approach is to make granular films having grains of magnetic alloys containing  $SiO_2$ . Details about these films have been described by C. L. Chien et al. in "Magnetic Granular Fe- $SiO_2$  Solids", J. Appl. Phys., 61(B), p. 3311 (1987), and S. H. Liou et al. in "Granular Metal Films a recording Media", Appl. Phys. Lett., 52(8), p. 512 (1988). Essentially, these researchers were depositing Fe- $SiO_2$  either by co-sputtering or by using composite targets, and the

magnetic films were deposited without underlayers. The values for  $H_c$  of around 1100 Oe and for squareness ( $S$ ) of around 0.6 were obtained. These values are unacceptably low for high density recording applications.

Similarly, addition of  $\text{SiO}_2$  has been exploited, as described by Shimizu et al. in "CoPtCr Composite Magnetic Thin Films", IEEE Trans. Mag., vol. 28, no. 5, page 3102 (1992), and its companion patent applications: European Patent Application 0 531 035 A1, published March 10, 1993, and Japanese Patent Application 5-73880, published March 23, 1993; and issued U.S. patent serial no. 5,516,547. Specifically, lower media noise and higher in-plane coercivity were noted with an introduction of approximately 10% by volume (vol.%)  $\text{SiO}_2$ . The aforementioned paper of Shimizu et al. indicates that  $S^*$  of these films were generally around 0.6. Thus, although media including  $\text{SiO}_2$  showed lower media noise and higher  $H_c$ , the squareness obtained was again too low to meet the requirements for high density recording. It should also be noted that Shimizu et al. required approximately 17-18 at.% of Pt in the alloys. Such high percentage of Pt significantly increases the manufacturing cost of such media (although for media designed for use with magneto-resistive heads, e.g., having an Mrt of about 1.0  $\text{memu/cm}^2$ , a higher platinum content may be required to maintain  $H_c$ ). Furthermore, it should be noted that Shimizu et al. achieved a peak  $H_c$  of only 1700 Oe, an unacceptable limit for future high density recording applications.

Another approach, discussed in Japanese Patent Application 5-197944, published August 6, 1993 (Murayama et al.) is addition of  $\text{SiO}_2$  for increased  $H_c$  while sputtering in the presence of a broad range of  $\text{N}_2$ , for example 0.1 to 10%. Lower media noise was obtained, but at the cost of decreasing  $S^*$  as the percentage of  $\text{SiO}_2$  increased. Thus, lower media noise was obtained at the cost

of increasing PW50 and OW. Additional teachings relating to SiO<sub>2</sub> may be found in U.S. patents 4,837,094 to Kudo (teaching an amorphous alloy) and 4,769,282 to Tada et al. (teaching an alloy including rare earth elements).

Importantly, all of these references employing SiO<sub>2</sub> teach alloying or admixing the SiO<sub>2</sub> with the magnetic film constituents, as opposed to depositing SiO<sub>2</sub> and the magnetic film constituents under conditions such that there is co-deposition but only minimal alloying of the SiO<sub>2</sub> with the magnetic film material. There are a number of disadvantages to the alloying or admixing of impurities. First, the addition of an impurity material (e.g., up to 30 vol.% SiO<sub>2</sub> by Shimizu et al.) results in a decrease in saturation magnetization (M<sub>s</sub>) and hence a decrease in Mr. Therefore, these references require that the thickness of the magnetic layer be increased to maintain sufficient Mrt. This is undesirable because an increase in film thickness implies an increase in spacing loss, which results in a larger PW50 and worse OW. Second, the sputtering process is made more complex and more costly by the requirement that additional materials be sputtered. Third, the alloyed or admixed impurity does nothing to increase grain isolation to thereby reduce exchange coupling induced noise.

Murdock et al. in "Noise Properties of Multilayered Co-Alloy Magnetic Recording Media", IEEE Trans. Mag., vol. 26, p. 2700-2705 (1990) teach deposition of multiple layers of magnetic material, the layers isolated from each other by layers of nonmagnetic material to reduce media noise. It is theorized that grain size and spacing may be relatively controlled several grains in thickness above an under layer. As a film grows thicker, the grains tend to vary in size and position. Thus, Murdock et al. teach controlling grain size and spacing by deposition of an under layer, forming a thin magnetic layer thereon several



grains in thickness, forming on this magnetic layer another under layer, forming on that under layer another thin magnetic layer, and so on. Although media noise is reduced due to smaller isolated grains, the SFD is increased and the squareness is reduced due to a difficulty in matching the  $H_c$  of the individual layers.

Moreover, the grain size of the thinner magnetic layers may be reduced so much that the magnetic grains may become superparamagnetic, resulting in a dramatic decrease in  $H_c$ . Manufacturing of such multilayered films is also very difficult and requires additional process chambers over current equipment requirements. In addition, special attention is needed to design the manufacturing process to minimize oxidation of thinner magnetic layers. Thus, although the multi-layer approach does teach a method for reducing media noise, the current processes yield decreased squareness and are difficult and expensive to implement.

In much of the magnetic recording media produced today, the  $[0002]_{Cr}$  or C-axis (easy axis of magnetization) of the Co-based magnetic alloy crystals are parallel or predominantly parallel to the plane of the disk (referred to herein as "in-plane" orientation, and intended to cover both in-plane and predominantly in-plane orientations). This is accomplished in various ways well known in the art. The most common method of achieving in-plane C-axis orientation of a Co-alloy film is use of a Cr underlayer to promote grain-to-grain epitaxial growth of the hexagonal cross-packed (HCP) Co grains on the body center cubic (BCC) Cr grains. It has been shown by K. Hono, B. Wong, and D. E. Laughlin in the article "Crystallography of Co/Cr bilayer magnetic thin films", Journal of Applied Physics 68 (9) p. 4734 (1990), that in-plane C-axis orientation may be achieved through epitaxial growth of Co on Cr with one of the following lattice

plane relations  $(002)_{Cr} // (1\bar{1}\bar{2}0)_{Co}$ ,  $(110)_{Cr} // (10\bar{1}1)_{Co}$ ,  $(110)_{Cr} // (10\bar{1}0)_{Co}$ , and  $(112)_{Cr} // (10\bar{1}0)_{Co}$ .

Also, in U.S. Patent No. 4,652,499 it is disclosed that to improve the lattice matching between the Co-alloy and the Cr underlayer for better epitaxy, the Cr underlayer is alloyed with Vanadium (V). According to each of these methods, the Cr underlayer must be several hundred angstroms thick to establish the proper Cr texture for epitaxial growth of the Co-alloy. However, the consequence of forming such a thick Cr or Cr alloy layer is that the grain size of the Cr or Cr alloy also grows, to a size of several hundreds or possibly thousands of angstroms in diameter. Since the grain size of the Co-alloy deposited on the Cr underlayer will match the grain size of the Cr underlayer, the resulting epitaxially grown Co-alloy will also have a grain size of several hundreds to possibly thousands of angstroms in diameter. In such a case, the high intrinsic media noise at the magnetic transitions due to the large grains renders the media useless for current and future high density recording.

A method of overcoming the disadvantage of the resulting large Co-alloy grains when using a Cr or Cr alloy underlayer has been proposed by Lee et al. in "NiAl Underlayers for CoCrTa Magnetic Thin Films", IEEE Trans. Mag., vol. 30, no. 6, pp. 3951-3 (Nov. 1994), "Effects of Cr Intermediate Layers on CoCrPt Thin Film Media on NiAl Underlayers", IEEE Trans. Mag., vol. 31, no. 6, pp. 2728-30 (Nov. 1995), and European Patent Application Publication EP 0 704 839 A1, claiming priority from a U.S. Patent Application no. 08/315,096, filed Sept. 29, 1994. Lee et al. teach controlling grain growth by forming a Co-based magnetic alloy layer above an underlayer having a B-2 crystal texture. In one

embodiment, an extremely thin Cr intermediate layer (25 to 50Å) is deposited between a B-2 NiAl underlayer and the Co-based magnetic alloy layer.

According to Lee et al., the Co-based magnetic alloy layer is grown epitaxially on the layers below. In the embodiment in which the extremely thin Cr is employed, the Cr layer is grown epitaxially on the B-2 crystal underlayer, and the Co-based magnetic alloy is grown epitaxially on the thin Cr layer. The rationale is that the  $(112)_{\text{NiAl}}$  crystal orientation of the NiAl layer, provides the basis for the Co-alloy to assume a  $(10\bar{1}0)_{\text{Co}}$  orientation, resulting in the Co-alloy having an in-plane C-axis. While the Cr layer is necessary for increased coercivity and squareness, according to this prior work the Cr layer cannot interrupt the relationship between the  $(112)_{\text{NiAl}}$  and the  $(10\bar{1}0)_{\text{Co}}$  (i.e., the indirect epitaxy between the B2 layer and the magnetic recording material layer). Thus, Lee et al. require that the intermediate layer be extremely thin (between 25Å and 50Å) to prevent the Cr from developing its own preferred orientation. Relatively high coercivity and squareness (S) are reported.

Lee et al. observed an increase in coercivity and squareness, believed to be due to the  $(10\bar{1}0)$  texture of the Co magnetic film, which is derived from epitaxial growth on the  $(112)$  textured thick NiAl (see the aforementioned "NiAl Underlayers for CoCrTa Magnetic Thin Films", by Lee et al.), with the thin (25Å) Cr intermediate layer merely transferring the  $(112)$  texture to the Co. Lee et al. state that a Cr intermediate layer is required to prevent contamination of the Co by the excess Al on the NiAl film surface, and that the Cr intermediate layer must be sufficiently thin to (a) minimize diffusion of Cr into the Co film layer, and (b) avoid interference with the epitaxy between the Co alloy magnetic recording layer and the NiAl underlayer.

Despite the high coercivity, high squareness, and fine grain structure taught by Lee et al. (see EPO 704 839 A1), the mere addition of the NiAl underlayer provides only a minimal improvement in the media noise performance, and thus the resulting media is inadequate for current and future high density recording applications. With reference to EPO 704 839 A1, this minimal improvement can be seen in Figs. 14 and 15 showing carrier noise measurement data, and Figs. 16 and 17 showing integrated media noise measurement data. Importantly, it appears that the media taught by Lee et al. suffers from high intergranular exchange interaction, and there is no teaching by Lee et al. to address this, for example by deliberately isolating each individual grains.

We believe that the high coercivity taught by Lee et al. results from the use of a relatively large amount of platinum (e.g., 18 atomic per cent), and possibly to some degree from the  $(10\bar{1}0)$  texture. As will be discussed further below, a properly isolated CoPt-based film can achieve a coercivity of over 3,000 Oe, even with less than 13 atomic per cent Pt in the alloy, if the grains in the film are properly isolated. Indeed, such a high coercivity may be produced with random orientation of grains and without a  $(10\bar{1}0)$  texture. The need by Lee et al. for such a high amount of platinum, and the need for producing a  $(10\bar{1}0)$  texture, together with the extremely high hysteresis loop squareness they obtain, indicate that the films taught by Lee et al. have significant intergranular exchange interaction between the physical grains. From this, and the lack of any discussion of isolation by Lee et al., one can understand why the films taught by Lee et al. do not show any significant improvement in media noise.

As previously mentioned, the effects of magnetic grain isolation are known in the art (Chen, "Physical Origin of Limits in the Performance of Thin-Film Longitudinal Recording Media," *supra*). Magnetic grain isolation has been successfully put into practice. See, for example, applicant's prior work described in U.S. patent application serial no. 08/223,636, filed April 6, 1994. However, according to this work, an amorphous under layer is employed to provide small, uniform grains of the subsequently deposited Co-based magnetic recording layer. At the interface between the amorphous underlayer and the crystalline magnetic recording layer, the individual crystal grains of the magnetic recording layer are polycrystalline. A polycrystalline magnetic grain will have a lower magneto crystalline anisotropy constant  $K_u$  than a single crystal grain. Since a part of the overall coercivity of a film is proportional to the  $K_u$  of the individual grains, given by

$$H_c \propto \sum_{\text{grains}} \frac{2K_{u(\text{grain})}}{Ms}$$

a reduction in  $K_u$  of the Co-alloy at the interface with the amorphous underlayer results in a reduction in the coercivity of the overall magnetic recording layer. As the Mrt of the recording layer is reduced (i.e., as the recording layer gets thinner), driven for example by the aim of increasing linear recording density, the ratio of the thickness of the polycrystalline region to the total film thickness increases (and if the film is thin enough, the polycrystalline region may be the predominant film structure), and the coercivity will be drastically reduced. For example, as the Mrt of a film drops below 1 memu/cm<sup>2</sup>, required for storage of over 1 Gbit/in<sup>2</sup>, the drop in  $H_c$  accelerates to the point of rendering the film useless for future recording density.

Currently, there are recognized limits on the ability to obtain high coercivity, high squareness, and low media noise for low Mrt film for future high density recording without adversely sacrificing PW50, OW and TNLD. This problem has lead to compromises in the values of the magnetic performance parameters, ease and cost of manufacturing, etc., for longitudinal recording media for high recording density. Therefore, there is at present a need in the art for a method of producing media with high coercivity, high squareness, and low noise, narrow PW50, good OW, and low TNLD.

### Summary of the Invention

The present invention solves the problems and needs of the art by providing a magnetic recording medium, and method for manufacturing same, such medium having high coercivity and high hysteresis squareness and optimized to provide superior magnetic recording parameters such as PW50, intrinsic media noise, TNLD, and OW in high density applications. The method of manufacturing such media comprises use of specific alloys in a vacuum deposition system, and specific operating conditions and steps which yield such an optimized media.

Control of grain growth and structure is a key aspect of the present invention. Media according to the present invention are comprised of a magnetic recording layer having fine individual magnetic grains having a diameter of 100Å or less which are isolated from one another by a solid segregant, and which have a controlled, uniform size, and spacing on the order of between 5Å and 50Å (ideally a mean spacing of about 10Å). Importantly, the grains of the magnetic recording layer are principally single crystals throughout the thickness of the

layer, so as to maximize the magnetocrystalline anisotropy constant of each individual grain, and furthermore, the C-axis of the grains are oriented predominantly in the plane of the film and are randomly oriented in-plane.

This media will typically exhibit coercivity squareness and remanent coercivity squareness approaching 0.8 or better, a switching field distribution approaching 0.2 or less, and a coercivity approaching that of the intrinsic coercivity of the individual grains, for example at least 2000 Oe with a minimum required Pt content, while simultaneously providing the lowest media jitter noise and TNLD, and maximum overwrite for optimum magnetic performance. The media is ideally suited for current and future high storage density applications, such as use with magneto-resistive heads. We have found that the mechanism of improved TNLD is the crystals of the magnetic grains having their C-axis oriented predominantly in the plane of the magnetic film, and the mechanism of improved OW is that each magnetic grain is predominantly a single crystal.

While it is known that small grains are a necessity to producing low noise magnetic recording media, we have also found that if the small grains are of predominantly a single crystal (i.e., crystallites) the coercivity is increased for a given platinum concentration in a Co-Pt based alloy. The single crystal grains provide the highest  $K_u$  possible to support high coercivity.

We have found that to achieve high squareness with media having isolated grains, the grains should be uniform in size and uniformly spaced apart from each other for uniform switching characteristics during the magnetization reversal process. As an added benefit, the uniform switching characteristics of the grains resulting from small size and uniform spacing also provides better OW.

Thus, one aspect of the present invention is a film deposition process based on controlled grain growth through a proper nucleation process to obtain a magnetic film layer having uniformly isolated small single crystal magnetic grains (100Å or less in diameter) of tight distribution in grain size for high density recording.

The results of our research indicate that use of a proper nucleation layer beneath the recording layer is critical to obtaining the uniform magnetic grain size and spacing necessary for high coercivity, high squareness, and low noise. The function of this layer is to provide nucleation sites on which individual physical magnetic grains will grow. The grain characteristics of the magnetic layer, including morphology (defined herein as the size and spacing of the grains) and the grain crystal orientations are significantly dictated by the conditions of the surface on which it is grown.

Since physical grains will form at nucleation sites, controlling the size of each nucleation site and the spacing between adjacent nucleation sites will provide the facility for controlling the grain growth characteristics of size and spacing of the magnetic recording layer, as well as provide large angle grain boundaries. In addition, proper control of the size and spacing of the nucleation sites provides a method for optimizing the segregation of segregant material (discussed below) at the grain boundaries in the magnetic recording layer.

Furthermore, if a crystalline nucleation layer is selected having an appropriate lattice match to the subsequently deposited magnetic recording layer for epitaxial growth of the magnetic layer, a recording layer having near single



crystal magnetic grains with their C-axes oriented predominantly parallel to the film (or substrate) plane can be obtained. In addition, while the grains' C-axes are parallel to the film plane, they are also randomly oriented within the film plane, a condition we refer to as 2-dimensional isotropy. Heretofore, producing these grains with sufficiently small size has not been possible. We have discovered that the structured nucleation layer of this invention overcomes this limitation.

Accordingly, it is important to distinguish between the "under layers" of the prior art, and a "structured nucleation layer" according to the present invention. While an underlayer may be capable of providing nucleation sites, it will not create a desired, extremely fine crystalline microstructure of the magnetic film. However, a structured nucleation layer as proposed by this invention does perform each of these functions. The layers of material such as undoped NiP and elemental Cr taught by the prior art will be referred to as under layers. The laid open Japanese Patent Application 5-73880, and its EPO equivalent discussed above (Shimizu et al.) and laid open Japanese Patent Application 5-197944 (Murayama et al.) each discuss use of an underlayer, but fail to suggest or even recognize the importance of the grain growth mechanism provided by a structured nucleation layer. In fact, Shimizu et al. generally set about to form their magnetic media without use of any type of under layer and Murayama et al. focus on the addition of SiO<sub>2</sub> to the recording layer material but fail to recognize the importance of a nucleation layer.

In accordance with the present invention, the structured nucleation layer will typically be comprised of multiple film layers providing epitaxial growth of a subsequently deposited magnetic recording layer. The structured nucleation

layer controls the morphology and grain orientation of subsequent layers. Specifically, the nucleation layer (a) controls grain size and grain spacing, (b) grain orientation, including providing large angle grain boundaries, and an in-plane C-axis of the grains of the subsequent layers, and (c) single crystal magnetic recording material grains. The presence of large angle grain boundaries between grains allow a segregant to diffuse to the grain boundaries and hence isolate the fine magnetic crystal grains.

The structured nucleation layer according one aspect of the present invention comprises two components. The first component is referred to herein as a "seed layer", and is deposited onto a disk substrate. The seed layer provides a template for subsequent grain growth. The second component of the structured nucleation layer is referred to herein as an "intermediate layer", and is deposited directly onto the seed layer. In one embodiment, a single intermediate layer provides a surface on which the magnetic recording layer may be epitaxially grown to control crystal morphology and orientation for obtaining fine uniform grain size and 2-dimensional isotropic media. Other embodiments comprising multiple seed and/or intermediate layers (and/or magnetic film layers) may also be employed.

As stated, the role of the seed layer is to provide a template for subsequent grain growth. It must be capable of producing grain widths of no more than 100Å in the subsequently grown intermediate layer, as well as in a magnetic recording layer grown on the intermediate layer. That is, grain size of the magnetic recording layer must be initiated by providing discrete, small crystalline seed layer grains. These seed layer grains serve to establish the size and spacing of the crystalline grains of the intermediate layer. Ultimately, the

magnetic recording layer grains grow epitaxially on the intermediate layer grains, the later providing control of grain morphology and grain crystal orientation (i.e., 2-dimensional isotropy).

As also stated, the intermediate layer provides a surface on which the magnetic recording layer may be epitaxially grown. We have found that sputtered Cr or a sputtered Cr alloy is a suitable material for the intermediate layer. Thus, the proper lattice plane orientation of Cr must be established through a selective growth process in order to provide the nucleation sites for epitaxial growth of the magnetic recording layer, e.g., a sputtered Co alloy. Therefore, the intermediate layer material is selected based on its crystal structure and relatively close (within about 10%) lattice match for certain lattice planes to the selected magnetic recording layer material.

The thickness of the intermediate layer required for establishing this preferred grain orientation texture is generally over around 80Å and less than around 1000Å, depending on the base pressure of the sputtering system. However, according to the prior art this presents a difficulty. If the prior art Cr layer is too thick, for example over 200Å, the Cr grains become too large to support growth of fine Co-alloy grains of less than 100Å in diameter.

To overcome this difficulty, the present invention proposes using the seed layer to control the Cr grain size and also assist in establishing the desired Cr crystal orientation texture. A suitable seed layer for the Cr intermediate layer can be selected from metals such as Ti, a B2 structure such as NiAl intermetallic compound, or Cr alloyed with element of limited solid solubility to the Cr, etc. Such a seed layer generally produces fine Cr grains of less than 100 Å in

diameter, even at a Cr layer thickness of over several hundred angstrom. It is the very small grain sizes of the seed layer that results in production of fine Cr grains of less than  $100\text{\AA}$  in diameter, and the random orientation of the seed layer crystallites that result in large angle grain boundaries between the Cr grains at thicknesses sufficient to result in an in-plane C-axis and 2-dimensional isotropy of the subsequently deposited hcp Co based alloy.

It will be appreciated that the seed layer may be formed of Ti, B2 structures, Cr-based alloys, or other materials, provided the seed layer grains are of sufficiently small diameter to permit the growth of small Cr intermediate layer grains. In one embodiment, the seed layer is a Cr alloy, inherently having a good lattice match to the intermediate layer of Cr. However, as will be explained, the element(s) alloyed with Cr used for seed layer should have limited solubility in Cr. Examples of such alloys are Cr-Cu, Cr-Y, Cr-Si, Cr-Pd, Cr-Hf, etc. The amount of the element(s) alloyed with Cr should be at most only a few atomic percent (e.g., up to 10 at.%) over the maximum solid solubility in the Cr matrix, so that the alloyed element can fully migrate to the Cr grain boundaries to form fine grains. Alternatively, Cr may be alloyed with more than one element with the same limitations to achieve segregation of the more than one elements at the Cr grain boundaries.

In fact, in general, when Cr is used as the seed layer, an alloy having limited solid solubility is needed because it will tend to form smaller grains for nucleation sites than pure elemental films. Thus, properly selected alloys will better facilitate extremely fine grains in the seed layer and hence the intermediate layer. But, with proper deposition techniques and selection of materials, certain elemental materials such as Ti may also provide suitably fine grains in the film

deposition process since Ti is very reactive to the residual gas in the vacuum sputtering system and impurities in the sputtering target(s). Regardless, the material selected for the seed layer must have a crystal structure capable of allowing the subsequently deposited intermediate layer to assume or develop a crystallographic morphology such that the magnetic recording layer (typically a Co-based alloy) grown on the intermediate layer grows epitaxially with a similar grain morphology.

This is not to say that the morphology of the magnetic recording layer is determined by that of the seed layer. In fact in general according to the present invention it is not. While the work of Lee et al. previously discussed does have such a requirement in order to provide in-plane orientation of the magnetic recording layer, there is no such limitation according to the present invention (for example, as supported by data for Ti, Cr-3%Cu, and Cr-5% Cu seed layers described below).

The randomly oriented seed layer allows the subsequently deposited intermediate layer to grow and take on its own morphology, starting with the size and location of the nucleation sites from the seed layer. The resulting intermediate layer will establish certain preferred orientations, facilitating subsequent epitaxial growth of magnetic grains having in-plane C-axes. Indeed, the magnetic grains grow with random in-plane orientations, resulting in large angle grain boundaries. This greatly enhances the diffusion of segregant material to the magnetic grain boundaries, providing suppression of exchange interaction between grains and hence reduced noise.

The intermediate layer is preferably elemental Cr, due to its close lattice match of several crystallographic planes to certain of the lattice planes of the Co-based magnetic recording layer. However, other intermediate layer elements or alloys may work equally well as an intermediate layer allowing epitaxial growth of a Co-based recording layer. In fact, the magnetic recording layer may be other than a Co-based alloy, and so have a different lattice constant. In such a case, other intermediate layers for appropriate lattice matching may be employed. Thus, the present invention should not be read to be limited to a Cr intermediate layer (or limited to a Co-based magnetic recording layer).

This invention provides the desired fine, uniform grains while still allowing the Cr intermediate layer to form sufficiently thick to develop its preferred orientations for subsequently deposited Co-alloy epitaxy. In fact, as compared to the prior art employing a Cr underlayer, smaller grains are achieved even at comparatively large Cr layer thicknesses. Furthermore, as compared to the prior art which relies on use of a thick NiAl underlayer to obtain a Co-alloy having its C-axis parallel to the plane of the substrate (e.g., Lee et al.), the grains of the media taught by this invention are smaller due to the use of a seed layer, and an in-plane C-axis is obtained through matching planes of the magnetic recording layer with the preferred textures of the intermediate layer.

Importantly, this invention provides a homogenous crystallographic morphology throughout the magnetic recording layer. That is, with a structured nucleation layer lattice-matched to a magnetic recording layer, the magnetic recording layer grains form more perfect single crystals at the interface of the magnetic recording layer and the intermediate layer. Hence, each grain of the magnetic recording layer will be nearly a single crystal. This is to be contrasted

with a polycrystalline grain of a magnetic layer formed on an amorphous underlayer, a non-lattice matched under layer, and a non structured nucleation layer. Consequently, the magnetocrystalline anisotropy constant of the magnetic recording layer material approaches that of the intrinsic magnetocrystalline anisotropy constant of the individual grains. And thus, the coercivity of the magnetic recording layer material is increased, even when  $M_{rt}$  is decreased to e.g. less than  $0.6 \text{ memu/cm}^2$ . In addition, the more perfect resultant lattice structure of the magnetic recording layer allows a more uniform magnetization switching, which we believe is responsible for our discovery of an increase in overwrite.

The magnetic recording medium of the present invention is manufactured by depositing a nonmagnetic segregant material, such as an oxide or nitride of one or more of (Al) As, B, Ce, Co, (Cr) Dy, Gd, Ho, La, Lu, Ni, Os, Pm, Ru, Re, Sc, Se, Si, Sm, Sn, Ta, Tb, Th, Ti, Tm, U, V, W, Y, or Zr, together with the magnetic material. In a single deposition step, without post deposition treatment, the segregant material must uniformly diffuse to the grain boundaries even at ambient substrate temperature to provide sufficient isolation between grains without adversely affecting the intrinsic magnetic properties such as magnetization and coercivity. This must occur under moderate deposition rates (e.g., at least  $1 \text{ Å/sec.}$  but less than  $20 \text{ Å/sec.}$ ) and at a relatively low temperature ( $\leq 200^\circ\text{C}$ ). In order to accomplish this, the segregant material selected is insoluble in the magnetic alloy, and is thermodynamically stable. The stability of the segregant material is determined by its bond strength, which should be at least  $90 \text{ Kcal/mol}$ . In other embodiments, the segregant may be a metal or metal alloy which has a good diffusion rate in a low temperature sputtering environment

(e.g., below 200° C) to establish a good grain boundary segregation can also be used.

While the concentration of the segregant material in the deposited media must be sufficient to completely separate each individual magnetic grain at the grain boundaries (thereby minimizing media noise from intergranular exchange coupling), there is an upper limit to the amount of segregant which can be incorporated in the magnetic film. This upper limit is a function of the decrease in coercivity, a decrease in saturation magnetization, and/or squareness caused by the addition of segregant material. Typically, a target coercivity and/or squareness will be identified, and the amount of segregant will be selected such that the coercivity and/or squareness are maintained at or above their target values. Typically, the amount of segregant material added will be at about or below 10 molar percent (mol.%). The effects of the introduction of the segregant may be greatly enhanced by employing the aforementioned structured nucleation layer under the magnetic layer.

We have found that in order for the segregant to be effectively segregated at the grain boundaries in a dry sputtering environment and low argon pressure, the deposited magnetic film must be provided with large grain angle boundaries at an initial stage of grain growth. Selection of the proper structured nucleation layer provides the requisite large grain boundaries, while simultaneously providing uniform grain size and grain spacing. Therefore, growth of the magnetic recording layer on an appropriate structured nucleation layer is critical to (a) facilitate the introduction of segregant at the grain boundaries, (b) control the grain size, (c) control the grain spacing in the magnetic recording layer, and (d) control the orientation of the crystal grains.



Addition of the segregant material has a minimal impact on the magnetic layer's saturation magnetization  $M_s$  and magnetic remanence  $M_r$ . High remanent squareness is achieved, and hence there is minimal impact on the overall thickness of the magnetic layer. Importantly, exchange coupling induced noise can be completely suppressed by the introduction of the segregant material and other steps of the present invention. Simultaneously, a high coercivity, for example 2000 Oe or greater, and high coercivity squareness and remanent coercivity squareness, for example approaching 0.8 or more each, are obtained.

We have also discovered that in order to achieve good epitaxy between the intermediate layer and the magnetic layer, the background  $H_2O$  pressure during sputtering must be less than about  $1 \times 10^{-6}$  Torr, and other residual gas pressures must also be low. Furthermore, we have found that in order to achieve a good epitaxy between the intermediate layer and magnetic layer, contamination on the surface of the deposited intermediate layer must be minimized before the magnetic layer is deposited. To prevent such contamination, we have discovered that the magnetic layer must be deposited as soon as possible after the intermediate layer is deposited, and it is preferable that the time between finishing deposition of the intermediate layer and deposition of the subsequent layer is e.g. 60 seconds or less depending on the base pressure of the sputtering system.

Therefore, a greatly improved media best suited for high density recording applications is provided by sputtering a magnetic recording layer containing a segregant material onto an appropriately selected multilayer crystalline structured nucleation layer. The resulting magnetic layer exhibits predominantly single

crystallite grains of small and uniform size which are uniformly spaced apart from one another by the segregant material at the grain boundaries, and have their C-axis predominantly parallel to, and randomly oriented in, the plane of the substrate. The method of the present invention provides control over the resulting media's recording performance characteristics, and adds little additional complexity or cost to an existing sputtering process.

### **Brief Description of the Drawings**

The present invention will be described in greater detail below, including specific examples thereof, with regard to the figures, in which:

Fig. 1 is a cross section of a rigid thin-film magnetic disk constructed in accordance with the present invention.

Fig. 2 is an illustration of the cross section of a rigid magnetic recording medium according to one embodiment of the present invention.

Fig. 3 is a plan-view illustration of a section of the magnetic recording layer according to the present invention.

Figs. 4 and 5 are micrograph cross-sections of media according to the present invention, showing the epitaxial relationship between the Cr intermediate layer grains and the Co-Pt alloy magnetic recording layer grains.

Figs. 6 are TEM images of a Co-Pt alloy magnetic recording layer according to the present invention taken normal to the film plane.

Fig. 7 is a high resolution SEM micrograph image of the fracture cross sectional surface of a multilayer disk structure of a 150Å NiAl seed layer, a 600Å Cr intermediate layer, and a 200Å  $\text{CoCr}_{12}\text{Pt}_{12} + 8 \text{ mol. \% SiO}_2$  magnetic recording layer with a 100Å carbon overcoat according to the present invention.

Fig. 8 is a high resolution SEM image taken on a fracture surface similar to that of Fig. 7, except that the disk is a multilayer structure of 150Å NiP + 2%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  underlayer followed by a 600Å Cr layer, which in turn is followed by a 200Å  $\text{CoCr}_{12}\text{Pt}_{12} + 6 \text{ mol. \% SiO}_2$  film layer and 100Å carbon overcoat.

Fig. 9 is a graph comparing the Mrt versus Hcr for two different recording media: the first having a 150Å thick underlayer of amorphous NiP + 2%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  on which a  $\text{CoCr}_{12}\text{Pt}_{12} + 8 \text{ mol. \% SiO}_2$  magnetic recording layer is formed. the second having a 600Å thick crystalline Cr underlayer on which the same magnetic recording layer is formed.

Fig. 10 is a plot of Hcr versus Mrt for two media, the first having a the Cr underlayer 200Å thick, the second having a Cr underlayer 600Å thick both with and without a NiAl seed layer.

Fig. 11 is a plot of Hcr versus seed layer thickness, comparing the results for a seed layer of NiAl and a seed layer of Ti.

Fig. 12 is a plot of Hcr versus Mrt for three media, the first with a 600Å thick Cr layer directly on the substrate, the second for a structured nucleation layer consisting of a 100Å thick NiAl seed layer and a 600Å

thick Cr intermediate layer, and third for a structured nucleation layer consisting of a 100Å thick Ti seed layer and a 600Å thick Cr intermediate layer.

Fig. 13 is a plot of Hcr versus Mrt for media having a Cr underlayer deposited directly on a substrate, having a NiAl and Cr structured nucleation layer, and two media having a Cr-Cu and Cr structured nucleation, in one case Cr-3%Cu, and the other case Cr-5%Cu.

Figs. 14a, 14b, 15a, 15b, 16a, and 16b show TEM cross sections, under identical magnification, of disks 2, 3, and 4 of Table II, respectively.

Fig. 17 is a plot of Normalized Integrated Media Noise Poser versus Linear Recording Density for several media of the prior art and the present invention.

Fig. 18 is a plot of Non-Linear Distortion versus Linear Recording Density for several media of the prior art and the present invention.

Fig. 19 is an illustration of a disk drive incorporating a magnetic recording medium according to the present invention.

As between each of these figures, like reference numerals shall denote like elements.

### **Detailed Description**

Fig. 1 is a cross section (not to scale) of a typical rigid thin-film magnetic disk 10 constructed in accordance with the present invention. A general description of the complete disk 10 will be presented below, followed by a detailed description of certain of the layers thereof and the methods and conditions for their deposition. Finally, a detailed description of several examples will be presented to highlight various of the important aspects of the present invention.

Disk 10 consists of an aluminum alloy substrate 12. Substrate 12 may be an aluminum blank onto which a plated layer (not shown), typically of NiP, is formed by electroless plating or other methods well known in the art. Alternatively, substrate 12 may be glass, ceramic, glass-ceramic, carbon-based materials, silicon, titanium, stainless steel, or other appropriate material selected for reasons beyond the scope of this invention. Importantly, however, the uppermost surface of substrate 12 (from the perspective of Fig. 1) is smooth and well cleaned. Optionally, the surface may be textured to improve the CSS performance of the resulting magnetic storage medium, as well known in the art.

A structured nucleation layer 14, described in further detail below, is then deposited onto substrate 12. Structured nucleation layer 14 may comprise two or more sublayers, as shown in Fig. 2. In the case of two sublayers, the first such structured nucleation sublayer is referred to herein as the seed layer 22, and the second such nucleation sublayer is referred to herein as the intermediate layer 24. Sputtering is the preferred method of depositing structured nucleation layer 14

(i.e., each of its sublayers), although other methods of deposition may accomplish the desired goal of formation of one or more of these sublayers.

Returning to Fig. 1, a magnetic recording layer 16 comprising a magnetic alloy and an insoluble "stable" segregant material, described in further detail below, is then deposited on structured nucleation layer 14. Again, sputtering is a preferred method for deposition of this layer, although other techniques are available to accomplish the goal of deposition of this layer.

A protective over layer 18 of a type known in the art, e.g., of carbon doped with nitrogen, hydrogen or both or oxides such as  $ZrO_2$ ,  $SiO_2$ , etc., or nitrides such as  $TiN$ ,  $ZrN$ , etc., or carbides such as  $TiC$ ,  $SiC$ , etc., of a thickness for example less than  $300\text{\AA}$ , and a lubricant layer 20 of a type known in the art, are applied over magnetic recording layer 16. Details of the protective over layer 18 and lubricant layer 20 are beyond the scope of the present invention, and therefore are not discussed in detail herein.

In order to achieve the specific goals of the present invention, a CoPt-based magnetic alloy is deposited together with an insoluble segregant material. In one embodiment, the CoPt is alloyed with Cr. In this embodiment, the chrome concentration is up to about 15 at.%, and the cobalt concentration is greater than about 75 at.%.

As has been described, a primary source of media noise is intergranular exchange coupling. As discussed by Chen et al. in the aforementioned "Physical Origin of Limits in the Performance of Thin-Film Longitudinal Recording Media," one method of reducing coupling noise is to isolate the grains of the

recording layer from one another. This is the role of the insoluble segregant material. Various materials, such as oxides and nitrides of Al, As, B, Ce, Co, Cr, Dy, Gd, Ho, La, Lu, Ni, Os, Pm, Ru, Re, Sc, Se, Si, Sm, Sn, Ta, Tb, Th, Ti, Tm, U, V, W, Y, and Zr are effective for grain isolation. The selection criteria for the segregant material is that firstly, it should be relatively insoluble in the magnetic alloy such that it segregates to the grain boundaries, and secondly, it should be stable as determined by the binding energy of the compound which should be greater than at least 90 Kcal/mol. for  $D_{298}^{\circ}$  (as described in the Handbook of Chemistry and Physics, 69th ed., CRC Press, 1988-89). It should be noted that in the following description and associated figures,  $\text{SiO}_2$  is used as an example of the insoluble "stable" segregant. For a more detailed discussion of  $\text{SiO}_2$  and other related segregant materials, see the aforementioned U.S. patent application serial number 08/286,653. However, one or more of many such insoluble "stable" segregants are within the contemplation of the present invention.

As previously stated, optimal recording performance may be obtained when the grains comprising the recording layer are uniform in size and uniformly spaced apart by segregant material. In fact, we have found that it is extremely important that each of the magnetic grains 78 should be a single crystallite of nearly identical size, uniformly isolated from one another by insulating material 80 to break intergranular exchange. A section of a magnetic recording layer with this arrangement is illustrated in plan view in Fig. 4 (the in-plane or 2-dimensional random grain orientations illustrated by the parallel lines within the each grain boundary). For future high density recording applications, for example 1 Gb/in<sup>2</sup>, the maximum allowable write jitter is expected to be on

the order of 4 nm or less. We believe that grain size of media for such applications will be as small as 100 Å or smaller.

Thus, we have discovered that in order to achieve performance targets for such media, the individual grains 78 must be uniformly isolated by about 10 Å of insulating material 80 to completely eliminate the exchange interaction yet support the highest write density. Media having such a recording layer will exhibit the highest possible squareness while maintaining the lowest possible media noise, as required for future high recording density applications.

It should be noted that there is a tradeoff between squareness and noise. An extremely square media is obtainable by disregarding intergranular exchange coupling, and providing closely packed fine grains without segregant. However, this will severely affect the usefulness of the media, and is not commercially practical given the current and anticipated future expectations for magnetic recording media performance parameters. At the other extreme, intergranular exchange coupling can be completely eliminated by highly isolating the particles with spacing of several 10's of angstroms of insulating material 80. However, in that case, the excessive non magnetic insulating material will dilute the magnetic layer too much and hence reduce the volume magnetization of the film as well as reduce the squareness of the film due to excessive reduction of magnetostatic interaction between grains. Thus, a balance is needed between high squareness, highest volume magnetization and lowest noise performance obtainable by grain segregation in determining the amount of isolation, and hence quantity of the segregant used in the magnetic alloy formation. The general rule is to select a sufficient amount of segregant to completely isolate the grains from each other but not so much as to cause degradation of magnetic performance of the film. In



principle, a separation of about  $10\text{\AA}$  between the grains by the non-magnetic segregant is sufficient to cause suppression of exchange interaction.

We have discovered that one requirement for obtaining a superior recording layer is that the recording layer be formed on a proper structured nucleation layer. A structured nucleation layer affects the size and spacing of the magnetic grains formed thereupon, and facilitates the uniform distribution of the segregant between the grains to provide the necessary isolation to minimize or prevent intergranular exchange coupling for reduced noise and improved magnetic performance. To accomplish this, the structured nucleation layer should have a topology of discrete nucleation sites to which individual grains will adhere.

Therefore, the structured nucleation layer should be sufficiently thick (for example, about  $100\text{\AA}$  or thicker for each sublayer) to uniformly and completely cover the substrate surface to eliminate the effects of the underlying substrate surface texture and establish a new crystal morphology for subsequent crystal growth; yet, it should not be so thick as to cause the degradation of the desired grain size, distribution, and uniform separation provided by the nucleation sites. A cross section of such a microstructure of a magnetic disk according to one embodiment of the present invention is schematically shown in Fig. 2, in which structured nucleation layer 14 consists of seed layer 22 and intermediate layer 24. Seed layer 22 consists of randomly oriented discrete grains 74, which serve as a template for Cr grains 76 to nucleate and grow.

Importantly, grains 74 are very small, e.g. much smaller than  $100\text{\AA}$  in diameter (as viewed perpendicular to the plane of the substrate), and are

contiguous. Also, each grain's crystal orientation is randomly oriented relative to one another, so that there are large angle grain boundaries between adjacent grains. These features are a function of the material used for seed layer 22. For example, it has been found that HCP elements such as Ti, BCC alloys such as Cr-Cu, and B2 phase NiAl produce these features under the proper vacuum sputtering deposition conditions.

Intermediate layer 24 is subsequently deposited directly onto seed layer 22. Intermediate layer 24 is typically Cr or a Cr-alloy, which has a reasonably good lattice match to a Co-Pt based alloy used for the magnetic recording layer. Table I shows the lattice mismatch for the planes of a Cr intermediate layer and a magnetic recording layer comprising Co(72%)Cr(10%)Pt(18%) (in general, the percentages of each element shall be denoted herein as a decimal place subscript, and the percentage of an element with no subscript shall constitute the balance of the alloy, e.g.  $\text{CoCr}_{.10}\text{Pt}_{.18}$ ).

| Lattice mismatch for various planes of Cr and $\text{CoCr}_{10}\text{Pt}_{13}$ |  |              |                  |
|--|--|--------------|------------------|
| Cr texture   | $\text{CoCr}_{10}\text{Pt}_{13}$ texture | Mismatch     | c-axis           |
| (110)  | (10 $\bar{1}$ 1)                         | 0.2% and 2%  | 28° out of plane |
| (110)  | (10 $\bar{1}$ 0)                         | 1.7% and 11% | in plane         |
| (200)  | (11 $\bar{2}$ 0)                         | 1.7% and 9%  | in plane         |
| (211)  | (10 $\bar{1}$ 0)                         | 1.7% and 2%  | in plane         |
| (111)  | ( $\bar{3}$ 120)                         | 1.7% and 4%  | in plane         |
| (221)  | (10 $\bar{1}$ 0)                         | 1.7% and 4%  | in plane         |
| (210)  | no good match in either direction        |              |                  |

Table I

As shown in Table I, the lattice mismatch between the  $\text{CoCr}_{10}\text{Pt}_{13}$  alloy and the Cr underlayer is about 10% or less in both lattice plane directions, and hence epitaxial growth of the  $\text{CoCr}_{10}\text{Pt}_{13}$  on Cr can be easily established. (Generally speaking, the Cr concentration used in the CoCrPt alloy is maintain between 10% and 15% for improving corrosion resistance, and the Pt concentration is maintained between 10% and 18% for increased  $K_u$  and hence  $H_c$ , while it is at the same time desirable to minimize the concentration of Pt to reduce cost and increase the intrinsic saturation moment,  $M_s$ , of the alloy.) As also shown in Table I, the resultant texture of the Co-alloy has in-plane C-axis orientation except for (10 $\bar{1}$ 1)<sub>Co</sub> on (110)<sub>Cr</sub> which has its C-axis oriented 28 degrees out of the plane of the film. To enhance the large crystallographic grain angles between the grains, the film should have many different Co-alloy textures mixed in the film. Ideally, the (10 $\bar{1}$ 1)<sub>Co</sub> texture should be present together with other in plane texture grains to enhance large angle grain boundaries between the grains.

According to one embodiment of the present invention, we have found that a Cr intermediate layer having predominantly the Cr textures shown in Table I results when forming intermediate layer 24 on a seed layer of Ti or NiAl. The common morphology between the Cr grains and the Co-alloy grains can be seen in the micrograph of Fig. 4, showing a NiAl seed layer having a Cr intermediate layer formed thereon, and a Co-based alloy layer formed on the Cr intermediate layer.

While multiple crystal orientations are present in the seed layer, and while the Cr grains will nucleate and grow on the seed layer grains, the Cr will prefer to form in a series of textures having a low energy, such as one or more of (110), (200), (211), (111), and (221). Cr grains growing with other orientations will tend to grow more slowly and will be overrun by the lower energy orientations. This is schematically illustrated in Fig. 2.

In addition, as the grains with the preferred orientations overrun the grains having other orientations, they will tend to impinge against one another, and hence confine the Cr grains to grow only in the thickness direction (and not the film plane direction). This effectively maintains the small grain diameter up to the interface with the Co-alloy grains. This is well illustrated in Fig. 4. Since the seed layer 22 provides a very large number of nucleation sites for the Cr grains to nucleate and grow, statistically there results a large number Cr grains having a preferred orientation. Hence the Cr grains having a preferred orientation grow relatively close together. This, combined with the fact that these grains will grow at a fairly uniform rate, provides an ideal limitation on the tendency of the Cr grains to grow in diameter. This can be seen and verified in layer 24 of Fig. 4.

Fig. 4 and 5 are micrographs confirming that the subsequently deposited Co-based alloy layer will develop a crystal morphology and orientation more or less following that of the Cr intermediate layer on which it is deposited. The epitaxial growth of the Co-based alloy on the Cr intermediate layer can be confirmed by observing the continuation of the lattice plane orientation of the Cr intermediate layer in the magnetic recording layer 16 shown in Fig. 4.

Fig. 6 is a TEM image of the Co-alloy film taken normal to the film plane. As shown in Fig. 6, the Co-alloy grains 78 are completely isolated from each other and surrounded by the segregant 80 ( $\text{SiO}_2$ ). As also shown, the grain size of the Co-alloy crystals is quite uniform and less than  $100\text{\AA}$ , and the mean spacing of the insulating segregant is about  $10\text{\AA}$ . The good isolation of the magnetic grains and the small grain sizes of the film ensure the minimum intrinsic noise of the media (by completely suppressing the magnetic exchange interaction and minimizing the grain size induced transition noise).

Fig. 7 is a high resolution SEM micrograph image of the fracture cross sectional surface of a multi-layer film disk of  $200\text{\AA}$   $\text{CoCr}_{12}\text{Pt}_{12} + 8\% \text{SiO}_2$  film deposited on a  $600\text{\AA}$  Cr intermediate layer formed over a  $150\text{\AA}$  NiAl seed layer. The uppermost layer is a  $100\text{\AA}$  carbon overcoat. As demonstrated in the micrograph, the fracture surface of this multilayer structure film using the proposed structured nucleation layer shows a well defined column of grains with clean cut grain boundaries which start near the substrate surface and extend to the film surface. These results confirm that the grains are well isolated. In comparison, Fig. 8 is the SEM image taken on a similarly fractured surface of a multilayer film structure of  $150\text{\AA}$  NiP +  $2\% \text{Al}_2\text{O}_3$  underlayer followed by a  $600\text{\AA}$  Cr layer, which in turn is followed by a  $200\text{\AA}$   $\text{CoCr}_{12}\text{Pt}_{12} + 8\% \text{SiO}_2$  film

layer and 100Å carbon overcoat. Fig. 8 shows that the columns of grains are poorly defined, and have intragrain fractures within the Cr and Co-alloy layers, particularly at or below the middle of the Co-alloy layer, and the fracture of the grain is not clean. These results show that the amorphous structure of NiP + 2%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> cannot provide a good nucleation site (or template) for Cr, and results in Cr grains growing excessively large. In this later case, the Co grains grown on the Cr grains would have small grain angle boundaries, and hence insufficient isolation, and would not have a randomly oriented in-plane C-axis (i.e., would not have 2-dimensional isotropy) even given the epitaxial growth of those grains.

We have discovered that a properly selected element or alloy having a suitable lattice structure and/or crystal structure, such as Ti, B2 structure (e.g., NiAl), Cr-X alloy (where X is a limited solid solubility element, for example Cu in an amount marginally above the solid solubility of Cu-Cr), etc. can be used as the fine grain seed layer providing the preferred morphology and orientation of the crystals in the Cr intermediate layer, which in turn provides morphology and orientation for epitaxial growth of the Co-alloy.

According to one aspect of the present invention, the seed layer and subsequent layers are deposited at or near ambient temperature and at a relatively high rate. It is commonly known that a higher substrate temperature and a lower deposition rate will result in larger grains.

As has been stated, it is one goal of the present invention to produce a fine grain seed layer. We have found that the selection of material for the seed layer plays a large role in achieving this goal. For example, Ti may be preferred because it is very reactive to residual oxygen or nitrogen gas in the sputtering

atmosphere or in the sputtering target (it is very difficult to produce a high purity Ti target), forming an oxide or nitride at the grain boundary to thereby produce extremely fine grains. A Cr-alloy with limited solid solubility may also be preferred, since the amount of the alloying element beyond solid solubility segregates to the grain boundaries and hence facilitates the fine grain formation. In a relatively high deposition rate and low temperature application, B2 phase compounds such as NiAl can also form very fine grains due to the nature of the non-stoichiometric composition of the compound and the difficulty of achieving an equilibrium phase structure (B2 structure single phase) in such a relatively high deposition rate, low deposition temperature system (i.e. insufficient kinetics of diffusion to achieve equilibrium in the deposition process).

The present invention is a unique magnetic recording medium and method of forming same. It relies on a unique nucleation layer structure and selection of materials for said layer, together with a magnetic alloy employing a selected segregant material. A magnetic recording layer is ultimately provided having fine grains (100Å or less) and large angle grain boundaries to promote segregation of the selected segregant to the grain boundaries (to completely isolate the magnetic grains), as well as near perfect single crystal grains with in-plane C-axes. The method as taught is practical and low cost, in part based on the ability to use ambient or near ambient temperature sputtering. Based on the description contained herein, it is within the scope of one skilled in the art to compile a list of material in addition to those expressly discussed, suitable as a seed layer and as an intermediate layer to achieve a magnetic recording layer with the desired attributes. However, other deposition processes, such as high temperature sputtering, can also be employed.

The magnetic properties and recording performance of several disks prepared with various underlayers and nucleation layers according to the present invention will next be described. Unless otherwise stated, all disks discussed herein were made using a batch vacuum deposition system, model SPC-350, manufacture by Anelva Inc., Tokyo, Japan. The system consists of four sputtering cathodes. A load lock system for input and output of substrates into the sputtering chamber is used to minimize the contamination cause by the introduction of residual gasses (e.g., water vapor, oxygen, nitrogen, etc.) from the ambient atmosphere during transfer of substrates into the sputtering chamber.

To minimize the initial residual gasses within the system, particularly water vapor, the base pressure of the system was pumped down to below  $2 \times 10^{-7}$  Torr before the deposition of the nucleation and magnetic layers (as well as carbon overcoat). The four sputtering cathodes are for deposition of the seed, nucleation, magnetic, and carbon overcoat layers, consecutively.

A number of disks were prepared, both without a seed layer, and with different seed layer materials: NiAl, Ti, and Cr-Cu. Each seed layer was deposited via R.F. diode sputtering. A Cr layer, which in one case was formed without an underlying seed layer, and in other cases where it formed an intermediate layer formed on a seed layer, was deposited using R.F. magnetron sputtering. The magnetic layer was deposited by R.F. diode sputtering. Finally, the carbon overcoat was deposited by D.C. magnetron sputtering.

The sputter deposition of all the layers except carbon occurred at 15 mTorr argon pressure. The carbon overcoats were deposited at 4 mTorr argon pressure. (While these were the deposition techniques and parameters for the following experiments, it will be appreciated that other techniques and



parameters may be employed with similar results. For example, the Cr layer referred to herein may be deposited by R.F. diode sputtering, etc.)

Fig. 9 is a comparison of the product of the magnetic remanence and magnetic film thickness (Mrt) versus remnant coercivity (Hcr) for two different recording media: the first having a 150Å thick underlayer of amorphous NiP + 2% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on which a CoCr<sub>12</sub>Pt<sub>12</sub> + 8 mol.% SiO<sub>2</sub> magnetic recording layer is formed, the second having a 600Å thick crystalline Cr underlayer on which the same magnetic recording layer is formed. In both cases, a substantially identical conventional carbon overcoat was applied over the magnetic recording layer.

Fig. 9 illustrates that for the amorphous NiP underlayer media, the coercivity falls off rapidly as the thickness of the Co film drops, below and Mrt of about 0.8 memu/cm<sup>2</sup>. However, for the crystalline Cr underlayer media, the coercivity remains relatively flat in the same range, below about 0.8 memu/cm<sup>2</sup>. In addition, the remnant coercivity of the Cr underlayer medium is higher than that of the NiP underlayer medium for any Mrt in the range of this experiment.

These results suggest that when a thick Cr underlayer is used, good epitaxy and hence growth of predominantly single crystal grains of Co alloy commence at the onset of the Co film's growth. In addition, the orientation of the Co-alloy grains is nearly in plane from the start, as predicted by Hono et. al. and U.S. Patent No. 4,652,499. Whereas, when an amorphous NiP underlayer is used, a polycrystalline structure grows at the onset of the Co grain growth, and such a polycrystalline structure may continue up to 0.8 memu/cm<sup>2</sup>.

Fig. 10 is a plot of Hcr versus Mrt for two media, each prepared with a single Cr underlayer. In one case, the Cr underlayer was 200Å thick, in the

second case the Cr underlayer was 600Å thick. Also shown in Fig. 10 is H<sub>cr</sub> and M<sub>rt</sub> data for two media employing a 300Å and a 100Å crystalline NiAl seed layer on which a Cr intermediate layer of 200Å and 600Å, respectively, are deposited. In all cases, the substrate was highly polished prior to deposition of the underlayer (e.g., R<sub>s</sub> ≈ 10Å). The magnetic alloy layer is the same between each of the disks (and the same as that used in the experiment of Fig. 9), namely CoCr<sub>12</sub>Pt<sub>12</sub> + 8 mol.% SiO<sub>2</sub>. In each case, a 100Å thick carbon overcoat was applied over the magnetic layer.

First, Fig. 10 illustrates that a thicker Cr underlayer produces higher coercivity for a given M<sub>rt</sub> as compared to a thinner Cr underlayer. This can be seen when comparing the cases of 200Å and 600Å Cr formed directly on the substrate, and when comparing the cases of 200Å and 600Å of Cr formed on NiAl. We hypothesize that better epitaxy is obtained when the Cr layer is thicker, e.g., when the Cr grains have a more uniform crystal structure (Cr grain size and hence Co-alloy grain size may also be affected).

Second, Fig. 10 illustrates that the addition of a crystalline NiAl seed layer under a Cr intermediate layer increases the H<sub>cr</sub> of the resulting media. For example, above approximately 0.3 memu/cm<sup>2</sup>, H<sub>cr</sub> for the NiAl/Cr(200Å)/CoCr<sub>12</sub>Pt<sub>12</sub> + 8 mol.% SiO<sub>2</sub>/C is greater at all M<sub>rts</sub> than Cr(200Å)/CoCr<sub>12</sub>Pt<sub>12</sub> + 8 MOL.% SiO<sub>2</sub>/C. This is also true for the medium having a 600Å thick Cr layer.

Finally, comparing Figs. 9 and 10, it can be seen that the drop off in H<sub>cr</sub> is less dramatic when a Cr layer is employed (Fig. 10) than when no Cr layer is employed (Fig. 9). Indeed, H<sub>cr</sub> remains in the practical range of above 1800 Oe, even with an M<sub>rt</sub> as low as 0.3 memu/cm<sup>2</sup>. Again, we believe that this is a

consequence of the magnetic recording layer having good epitaxial growth at the onset of deposition and establishment of grains with a well defined single crystal with near (or predominantly) in-plane C-axis orientation (as the result of epitaxy on Cr provided by the lattice match of Table I).

Fig. 11 is a plot of  $H_{cr}$  versus seed layer thickness, comparing the results for a seed layer of NiAl and a seed layer of Ti. Two different Cr intermediate layer thickness (namely 200Å and 600Å) were used for comparison. The magnetic recording layer alloy is identical to that used in the examples of Figs. 9 and 10, namely  $\text{CoCr}_{12}\text{Pt}_{12} + 8 \text{ mol. \% SiO}_2$ , and was approximately 200Å thick. The Mrt was maintained at 0.6 memu/cm<sup>2</sup>.

The data of Fig. 11 is consistent with the data of Fig. 10 in that a thicker Cr intermediate layer provides a higher  $H_{cr}$  for given seed layer thickness. Furthermore, the curves of  $H_{cr}$  versus seed layer thickness for Ti and NiAl are more or less identical in shape, which indicates that a Ti seed layer, in addition to a NiAl seed layer, can provide a good platform for growth of the Cr intermediate layer for the ultimate epitaxial growth of the magnetic recording layer.

Fig. 11 also shows that using either a NiAl or a Ti seed layer provides relatively stable  $H_{cr}$  across a range of seed layer thicknesses. It will be appreciated that current competitive disk drive systems require media coercivities at or above 2000 Oe, which is provided at thicknesses of NiAl and Ti seed layers up to 600 Å thick. (It should also be noted that this demonstrates that the thickness of the seed layer need only be sufficient to cover the substrate surface, for example around 100Å, and from the point of view of the function of the seed layer, there is really no technical limitation on growing of a thicker layer.

The performance similarities between media having a NiAl seed layer and a Ti seed layer (from the epitaxial growth) is also verified by the experimental data shown in Fig. 12. For the data of Fig. 12, three different media were prepared. First, a 600Å thick Cr layer was deposited directly onto a super polished substrate. A  $\text{CoCr}_{12}\text{Pt}_{12} + 8 \text{ MOL.}\% \text{ SiO}_2$  magnetic recording layer was deposited onto the Cr underlayer, and a 100Å carbon overlayer was deposited onto the magnetic recording layer. Second, a 100Å NiAl seed layer was deposited onto a super polished substrate. A 600Å Cr intermediate layer was then deposited onto the NiAl seed layer. A  $\text{CoCr}_{12}\text{Pt}_{12} + 8 \text{ MOL.}\% \text{ SiO}_2$  magnetic recording layer was next deposited. And finally a 100Å carbon overcoat was deposited onto the magnetic recording layer. Third, a 100Å Ti seed layer was substituted for the 100Å NiAl seed layer of the second media.

Fig. 12 shows that the dependence of Hcr on Mrt for media using a 100Å NiAl seed layer on a 600Å Cr intermediate layer is nearly identical to that of media using a 100Å Ti seed layer on a 600Å Cr intermediate layer. This is made clear when one compares these results to the results obtained for media having the 600Å Cr layer formed directly on the substrate, without a seed layer. Fig. 12 also illustrates that the value of Hcr for media using a Ti seed layer is about 200 Oe lower than that of media using a NiAl seed layer for a given Mrt. However, media using either a NiAl seed layer or a Ti seed layer can provide Hcr over 2300 Oe with an Mrt as low as 0.3 memu/cm<sup>2</sup>, based on the good epitaxy between the Co alloy magnetic recording layer and the Cr intermediate layer.

In another embodiment, an alloy of Cr and Cu is employed as the seed layer. The data of Fig. 13 illustrates two examples of a Cr-Cu alloy, first 5 at.% Cu, and second 3 at.% Cu. This film is produced using a specially manufactured batch vacuum deposition system consisting of 3 cathodes. The first cathode is for

R.F. magnetron sputtering of the seed layer. The second cathode is for R.F. magnetron sputtering the intermediate layer. And, the third cathode is for R.F. diode sputtering the magnetic layer. Sputtering was conducted at better than  $1 \times 10^{-6}$  Torr. As previously stated, the amount of the alloying component is selected to be just over the maximum solid solubility of that component in Cr. In this case, the maximum solid solubility of Cu in Cr is about 1 at.%, as reported in Binary Alloy Phase Diagrams, ASM, 1968, page 819-820.

For the experiment of Fig. 13, each of the two disks were prepared by first depositing a 200Å thick layer of the Cr-Cu alloy. A 600Å Cr layer was then applied. A Co alloy consisting of  $\text{CoCr}_{0.8}\text{Pt}_{0.10} + 5 \text{ mol.}\% \text{ SiO}_2$  was next deposited. For comparison, a disk having a 200Å NiAl seed layer on which a 600Å Cr layer was formed was prepared and tested. As shown in Fig. 13, the curve of Hcr versus Mrt for the disks having the Cr-Cu seed layer is similar in shape to the curves for the NiAl seed layer and for the Cr underlayer, even at small Mrt. This demonstrates that a Cr-Cu alloy having a Cu concentration slightly higher than maximum solid solubility (e.g.,  $\approx 1 \text{ at.}\%$ ) can also be used as a seed layer.

The good epitaxy between Co alloy and Cr using various seed layers as proposed herein can be inferred by comparing the data of Fig. 9 to that of Fig. 13. However, the desired fine grain-size structure and good isolation between the magnetic grains obtained using the various seed layers described herein can only be verified by measuring the magnetic performance of disks with various seed layers, and comparing the result of magnetic measurements to those of disks using a Cr underlayer and disks using a NiP underlayer. The results of these magnetic measurements are shown in Table II and Table III below.

| DISK DATA                                   |   |                     |  |                     |  |              |            |  |             |
|---|---|---------------------|--|---------------------|--|--------------|------------|--|-------------|
| Disk  | Amplitude   |                     |  | Low Freq.<br>(mVpp) | Resolution<br>(%)                          | PW50<br>(ns) | OW<br>(dB) | Wrt Ir<br>(nm)   | TNLD<br>(%) |
|   | High Freq.<br>(mVpp)  | Mid Freq.<br>(mVpp) |  |                     |  |              |            |  |             |
| 1   | 0.1312  | 0.6097              |  | 0.8800              | 14.91                                      | 24.45        | 29.60      | 3.80   | 16.26       |
| 2   | 0.2040  | 0.7645              |  | 1.0409              | 19.59                                      | 23.43        | 38.72      | 5.41   | 10.36       |
| 3   | 0.1961  | 0.7829              |  | 1.0407              | 18.84                                      | 22.22        | 36.64      | 2.98   | 11.98       |
| 4   | 0.2039  | 0.7677              |  | 1.0360              | 19.68                                      | 23.06        | 37.58      | 5.17   | 10.46       |
| DISK COMPOSITIONS                           |   |                     |  |                     |  |              |            |  |             |
| Disk  | Cu Alloy  |                     | Structure                                    |                     |  | Hcr<br>(Oe)  |            | Mrt<br>(memu/cm <sup>2</sup> )                               |             |
| 1   | CoCr <sub>13</sub> Pt <sub>13</sub> + SiO <sub>2</sub> (6%) |                     | NiP(2%)/CrPS6/Carbon[180Å/210Å/100Å]         |                     |  | 2309         |            | 0.8  |             |
| 2   | CoCr <sub>13</sub> Pt <sub>13</sub> + SiO <sub>2</sub> (8%) |                     | Cr/CrPS6/Carbon[180Å/250Å/100Å]              |                     |  | 2277         |            | 1.0  |             |
| 3   | CoCr <sub>13</sub> Pt <sub>13</sub> + SiO <sub>2</sub> (8%) |                     | NiA/Cr/CrPS6/Carbon[150Å/200Å/250Å/100Å]     |                     |  | 2384         |            | 0.9  |             |
| 4   | CoCr <sub>13</sub> Pt <sub>13</sub> + SiO <sub>2</sub> (8%) |                     | NiP(2%)/Cr/CrPS6/Carbon[150Å/200Å/250Å/100Å] |                     |  | 2365         |            | 0.9  |             |
| TEST PARAMETERS                             |   |                     |  |                     |  |              |            |  |             |
| III <sup>+</sup> = 51.86 mhz = 158.118 kfcf |   |                     | radius = 0.87 inches                         |                     | Preamplifier = SSI 32R2010R                |              |            | Tester: Guzik RWA<br>1632/1701                               |             |
| NII <sup>+</sup> = 25.93 mhz = 79.06 kfcf   |   |                     | 7200 rpm = 655.96 ips                        |                     | Para. Filter = 100 MHz, 5 Pole Butterworth |              |            | Head: Seagate  |             |
| OW = 51.86 mhz = 158.118 kfcf               |   |                     | Jitter = 25.93 mhz = 79.06 kfcf              |                     | Jitter Filter = SSI 32P 8001, 30 Mhz, 0 dB |              |            | I <sub>av</sub> = 35 mA 0 to peak<br>I <sub>pk</sub> = 12 mA |             |

TABLE II

Table II shows magnetic recording performance results of four different disks prepared using various underlayers as proposed by the prior art and by the present invention. The sample preparation and the structures and alloys are described as follows:

Disk No. 1: This disk was prepared by first depositing an approximately 80Å thick underlayer of NiP +2 mol.%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  on an NiP plated Al substrate. Next, an approximately 210Å thick  $\text{CoCr}_{.11}\text{Pt}_{.13}$  + 6 mol.%  $\text{SiO}_2$  magnetic recording layer was deposited onto the NiP layer. An overcoat of carbon approximately 100Å thick was then deposited over the magnetic recording layer. Deposition for this disk was in an in-line sputtering system in accordance with the procedures described in U.S. patent application serial no. 08/286,653. The average Hcr was 2309 Oe.

Disk No. 2: This disk was prepared by first depositing an approximately 480Å thick Cr underlayer directly onto an NiP plated Al substrate. This was followed by depositing an approximately 250Å thick  $\text{CoCr}_{.12}\text{Pt}_{.12}$  + 8 mol.%  $\text{SiO}_2$  magnetic recording layer. This was followed by deposition of an approximately 100Å thick carbon overcoat. These disks are similar to those used by Lee et al. in EP0704839 A1, and were made in the aforementioned Anelva sputtering system. The average Hcr was 2277 Oe.

Disk No. 3: This disk was prepared by first depositing an approximately 150Å thick NiAl seed layer directly onto an NiP plated Al substrate. Next, an approximately 200Å thick Cr intermediate layer was deposited onto the NiAl seed layer. This was followed by depositing an

approximately 250Å thick  $\text{CoCr}_{12}\text{Pt}_{12} + 8 \text{ mol.}\% \text{ SiO}_2$  magnetic recording layer. This was followed by deposition of an approximately 100Å thick carbon overcoat. This disk represents one embodiment of the present invention. All deposition took place in the aforementioned Anelva sputtering system. The average Hcr was 2384 Oe.

Disk No. 4: This disk was prepared by first depositing an approximately 150Å NiP + 2 mol.%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  underlayer directly onto an NiP plated Al substrate. Next, an approximately 200Å thick Cr intermediate layer was deposited onto the NiP layer. This was followed by depositing an approximately 250Å thick  $\text{CoCr}_{12}\text{Pt}_{12} + 8 \text{ mol.}\% \text{ SiO}_2$  magnetic recording layer. This was followed by deposition of an approximately 100Å thick carbon overcoat. All deposition took place in the aforementioned Anelva sputtering system. The average Hcr was 2365 Oe.

Measurements were made using a Guzik model RWA 1632/1701 Spinstand, manufactured by Guzik, Santa Clara, California. A magnetoresistive (MR) magnetic recording head model Cuda IV XL manufactured by Seagate of Scotts Valley, California was used. The disk rpm was 7200, and measurements were made at a radius of 0.87 inches. Head bias was 12mA 0-to-peak, and head current was 35mA. The high frequency head signal was 51.86 mhz (158.118 kfc), mid frequency was 25.93 mhz (79.06 kfc). The overwrite frequency was 51.86 mhz (158.118 kfc), and the Write Jitter frequency was 25.93 mhz (79.06 kfc).

Comparing the values of OW, Write Jitter (WJ), and TNLD of disk no. 1 to the values for disks nos. 2, 3, and 4 from Table II shows that when a Co alloy magnetic recording layer is deposited on top of a Cr layer, higher OW



and lower TNLD values are obtained. These results indicate that the Co alloy is epitaxially grown on the Cr surface, and also suggests that the Co alloy has its C-axis oriented predominantly in the plane of the disk.

However, comparing disks nos. 2, 3, and 4 in Table II shows that the WJ values of disks nos. 2 and 4 are almost twice that of disk no. 3, which is the disk formed by the teachings of the present invention. The high WJ of disk No. 2 in which the Cr layer is deposited directly on amorphous NiP substrate surface, and disk No. 4 in which the Cr layer is deposited on a sputtered amorphous NiP + 2%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> layer, is due to the formation of large Cr grains, and as a consequence of the epitaxial growth of the Co on the Cr, the Co grains grow larger than those of disk no. 3. The use of a seed layer below the Cr intermediate layer as taught by this invention (e.g., disk no. 3) produces fine Cr grain, and hence fine Co alloy grains, which lowers WJ. (Further evidence of large Co alloy grain growth in disks nos. 2 and 4 will be shown latter.) These results verify that a disk created using the teachings of the present invention is superior to that of prior art in obtaining excellent OW and TNLD, and simultaneously low WJ and hence low intrinsic media noise.

In another embodiment of the present invention, disks using various thicknesses of a Ti seed layer and Cr intermediate layer were prepared. The magnetic properties of these disks were compared to the properties of a disk prepared using a NiAl seed layer in Table III.

| DISK DATA                 |   |   |                  |  |           |          |                             |          |  |   |
|---------------------------|---|---|------------------|--|-----------|----------|-----------------------------|----------|--|---|
| Disk                      | Amplitude   |   |                  | Resolution (%)                             | PW50 (ns) | QW (dB)  | Wrt Jir (nm)                | TNLD (%) |  |   |
|                           | High Freq. (mVpp)   | Mid Freq. (mVpp)                          | Low Freq. (mVpp) |  |           |          |                             |          |  |   |
| 5                         | 0.205   | 0.653                                     | 0.825            | 79.10                                      | 35.42     | 35.53    | 3.26                        | 14.25    |  |   |
| 6                         | 0.209   | 0.689                                     | 0.874            | 78.88                                      | 35.85     | 37.70    | 3.45                        | 15.10    |  |   |
| 7                         | 0.232   | 0.706                                     | 0.0.851          | 83.00                                      | 33.92     | 38.26    | 3.54                        | 15.71    |  |   |
| DISK COMPOSITIONS         |   |   |                  |  |           |          |                             |          |  |   |
| Disk                      | CoAlloy   | Structure                                 |                  |  |           | Hcr (Oe) | Mrt (memu/cm <sup>2</sup> ) |          |  |   |
| 5                         | CoCr <sub>12</sub> Pt <sub>11</sub> + SiO <sub>2</sub> (8%) | Ti/Cr/CRPS/Carbon   100Å/600Å/210Å/100Å   |                  |  |           | 2198     | 0.85                        |          |  |   |
| 6                         | CoCr <sub>12</sub> Pt <sub>11</sub> + SiO <sub>2</sub> (8%) | Ti/Cr/CRPS/Carbon   300Å/400 Å/240Å/100Å  |                  |  |           | 2181     | 0.96                        |          |  |   |
| 7                         | CoCr <sub>12</sub> Pt <sub>11</sub> + SiO <sub>2</sub> (8%) | NiAl/Cr/CRPS/Carbon   150Å/400Å/200Å/100Å |                  |  |           | 2383     | 0.81                        |          |  |   |
| TEST PARAMETERS           |   |   |                  |  |           |          |                             |          |  |   |
| HF = 30.58 mhz = 161 kfcf |   | radius = 0.862 inches                     |                  | Preamplifier = SSI 2010R                   |           |          |                             |          |  | Tester: Guzik RWA 1632/1701                                   |
| MF = 15.29 mhz = 81 kfcf  |   | 4200 rpm = 379 ips                        |                  | Para. Filter = 100 MHz 5 Pole Butterworth  |           |          |                             |          |  | Head: Toshiba MR2   |
| QW = 15.29 mhz            |   | Jitter = 15.29 mhz                        |                  | Jitter Filter = SSI 32F 8001, 13 Mhz, 4 dB |           |          |                             |          |  | I <sub>w</sub> = 30 mA 0 to peak<br>I <sub>bias</sub> = 10 mA |

TABLE III

Disk No. 5: This disk was prepared by first depositing an approximately 100Å thick Ti seed layer on an NiP plated Al substrate. Next, an approximately 600Å thick Cr intermediate layer was deposited onto the Ti seed layer. This was followed by depositing an approximately 200Å thick  $\text{CoCr}_{12}\text{Pt}_{12} + 8 \text{ mol.}\% \text{ SiO}_2$  magnetic recording layer. This was followed by deposition of an approximately 100Å thick carbon overcoat. All deposition took place in the aforementioned Aneiva sputtering system. The average Hcr was 2198 Oe, and the Mrt was 0.85 memu/cm<sup>2</sup>.

Disk No. 6: This disk was prepared by first depositing an approximately 300Å thick Ti seed layer on an NiP plated Al substrate. Next, an approximately 400Å thick Cr intermediate layer was deposited onto the Ti seed layer. This was followed by depositing an approximately 200Å thick  $\text{CoCr}_{12}\text{Pt}_{12} + 8 \text{ mol.}\% \text{ SiO}_2$  magnetic recording layer. This was followed by deposition of an approximately 100Å thick carbon overcoat. All deposition took place in the aforementioned Anelva sputtering system. The average Hcr was 2181 Oe, and the Mrt was 0.96 memu/cm<sup>2</sup>.

Disk No. 7: This disk was prepared by first depositing an approximately 150Å thick NiAl seed layer on an NiP plated Al substrate. Next, an approximately 400Å thick Cr intermediate layer was deposited onto the NiAl seed layer. This was followed by depositing an approximately 200Å thick  $\text{CoCr}_{12}\text{Pt}_{12} + 8 \text{ mol.}\% \text{ SiO}_2$  magnetic recording layer. This was followed by deposition of an approximately 100Å thick carbon overcoat. All deposition took place in the aforementioned Anelva sputtering system. The average Hcr was 2383 Oe, and the Mrt was 0.81 memu/cm<sup>2</sup>.

Measurements were made using a Guzik RWA 1632/1701 spinstand, manufactured by Guzik, Santa Clara, California. A magnetoresistive (MR) magnetic recording head manufactured by Toshiba, Japan, model MR2 was used. The disk rpm was 4200, and measurements were made at a radius of 0.862 inches. Head bias was 10 mA 0-to-peak, and head current was 30 mA. The high frequency head signal was 30.58 mhz (181 kfcf), mid frequency was 15.29 mhz (79.06 kfcf), and the low frequency was 5.10 mhz (27 kfcf). The Write Jitter and OW frequency was 15.29 mhz (79.06 KFCF).

The recording performance parameters for the disks shown in Table III illustrate that using a Ti seed layer provides TNLD, OW, and Write Jitter nearly identical to that of a NiAl seed layer for about the same Mrt (i.e., about the same low frequency amplitude) and slightly lower Hc (about 200 Oe less). This indicates that a Ti seed layer can serve equally effectively as a NiAl seed layer.

Figs. 14a, 14b, 15a, 15b, 16a, and 16b show TEM cross sections, under identical magnification, of disks 2, 3, and 4 of Table II, respectively. Fig. 14a, (bright field image) and Fig. 14b (dark field image) of disk no. 2 and Fig. 16a, (bright field image) and Fig. 16b (dark field image) of disk no. 4 show that the Cr grains formed in these disks are exceedingly large, and consequently the epitaxially grown Co alloy grains are as large as the Cr underlayer grains. Whereas in Fig. 15a, (bright field image) and 15b (dark field image) of disk no. 3 one can see that comparatively much smaller grains are produced for both the Cr intermediate layer and the epitaxially grown Co alloy layer. The plan view of Fig. 6, representative of disk no. 3,

shows a grain diameter of less than  $100\text{\AA}$  (and well isolated grains), and confirms the fine grain structure shown in Figs. 15a and 15b.

The micrographs of Figs. 14a through 16b confirm our hypothesis that a nucleation layer comprising an extremely fine grained seed layer can form the basis for producing an extremely fine grained epitaxially grown Co alloy film. With reference to Fig. 15b, the dark field image shows that there is good grain to grain epitaxy between the grains of the Cr intermediate layer 24 and the grains of the CoPt magnetic alloy layer 16 (e.g., the uniform lighter color of the columns indicates a close match of crystallographic planes between the layers). The cross section of Fig. 4, representative of disk no. 3, shows the good epitaxy under higher magnification TEM.

Furthermore, the ability of a fine grained seed layer to provide the large grain angle boundaries for grain isolation is evidenced by the change in contrast intensity of dark field image between grains, for example as shown in Fig. 15b. These large grain angle boundaries allow segregant to diffuse to the grain boundaries to isolate the grains and hence produce extremely low intrinsic media noise as well as high OW and low TNLD.

It should be noted that the presence of  $\text{SiO}_2$  in the admixed form of the magnetic alloy as per the Japanese Patent Application 5-197944 (Shimizu et al.) is not a sufficient condition to ensure the lowest write jitter noise. In fact, the published work by Shimizu et al. entitled "CoPtCr Composite Magnetic Thin Films" shows TEM micrographs of unmixed  $\text{CoPt}_{.18}\text{Cr}_{.12}$  and composite  $\text{CoPt}_{.18}\text{Cr}_{.12} + \text{SiO}_2$  films. This reference

states that "the grain boundaries are not clear in either film, indicating a very fine structure. Energy-dispersive x-ray analysis (EDX) revealed that Si atoms are uniformly distributed all over the composite films without showing any noticeable segregations at grain boundary."

We believe that the reduction in media noise in Shimizu et al.'s CoCrPt + SiO<sub>2</sub> admixture arises primarily from the reduction in grain size, i.e., a reduction in grain noise. However, a reduction in grain size alone does not result in a reduction of noise caused by exchange coupling, which is the more dominant contributor to media noise. This shows that per the approach taught by Shimizu et al. (i.e., without a structured nucleation layer) one cannot achieve complete isolation between (i.e., complete exchange decoupling of) the magnetic grains. As stated earlier, the intergranular exchange induced noise has to be completely eliminated to obtain the lowest possible noise. As we have found, this can only happen if a proper structured nucleation layer (such as the seed layer plus intermediate layer discussed above, or the NiP + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nucleation layer discussed in our pending application serial no. 08/286,653) is used to facilitate the segregation of the insulating segregant.

The extremely low intrinsic media noise as provided by the teachings of the present invention is highlighted by comparing the normalized integrated media noise power (MNP) of disks no. 1, no. 2, and no. 3. The integrated noise powers were normalized to the value of Mrt (or low frequency amplitude) for each disk to provide a meaningful comparison of the data. Fig. 14 shows the MNP data of disks no. 1, 2, and 3 as a function of linear recording density (kfc). As shown, the MNP of disk no. 3 (that

according to the present invention) is about one-half that of disk no. 1 (which uses a Cr underlayer only).

Furthermore, Fig. 17 illustrates that the MNP obtained according to the present invention is well below that of the prior art. For example, Lee et al. in Fig. 15 of their EPO application EP 0704839 A1 show a relatively small difference in MNP, less than 10% improvement at 107 kfc, between their media having a NiAl underlayer and media having only a Cr underlayer, and in Fig. 16 of their patent application show about a 20% improvement at 107 kfc. This should be compared with the difference in MNP of over about 54% at 107 kfc seen in Fig. 17 hereof between media with a structured nucleation layer (seed layer/Cr intermediate layer) as taught by the present invention and media having only a Cr underlayer. This difference is equal to over a 110% improvement in noise performance of the structured nucleation layer (seed layer/Cr intermediate layer structure) of the present invention over structures not employing such a structure.

Fig. 18 shows the non-linear distortion (%) of the media of Table II as function of linear recording density. As shown, the TNLD of disk no. 3 according to the present invention is virtually as low as that of disk no. 2 which uses only a Cr underlayer (e.g., having large Co grains) for each kfc. Whereas disk no. 1 shows a higher NLD than that of the present invention in the range of frequencies measured, particularly above 100 kfc. Therefore, it is clear from Fig. 15 that media using a structured nucleation layer according to the present invention provides superior TNLD as compared, for example, to amorphous sputtered NiP of the prior art.

In summary, the above experimental evidence shows that media produced using the present invention provides superior media noise, OW, and TNLD as compared with the prior art. Also, this work demonstrates that our invention is quite different from the prior art such as Lee et. al. and Shimizu et al. based on the results of our media noise power measurements and the data for Ti and Cr-Cu seed layers.

A magnetic recording medium in accordance with the present invention is typically used in a disk drive 100 shown in Fig. 19, in which disk 10 is mounted on a rotor shaft 102 which, in turn, is rotated by a motor 104. A pair of read-write heads 106a, 106b are mounted on the end of associated arms 108a, 108b. Heads 106a, 106b can be ferrite heads, thin film heads, magneto-resistive heads, or other types of read-write heads. Heads 106a, 106b "fly" in proximity to disk 10, where they can write data to and read data from the magnetic film on sides 110a, 110b of disk 10, respectively.

Arms 108a, 108b can be moved inward or outward (directions 112 and 114, respectively) to permit heads 106a, 106b to access data tracks at different locations of the disk. Motion of arms 108a, 108b are controlled by a servo motor (not shown). Examples of disk drives are disclosed in U.S. Patents 4,949,202 (Kim); 5,025,335 (Stefansky); 5,027,241 (Hatch); and 5,025,336 (Morehouse), each of which is incorporated herein by reference. Magnetic recording media in accordance with this invention can be incorporated in other types of disk drives as well.

While the invention has been described above with respect to the specific embodiments, those skilled in the art will appreciate that modifications may be made without departing from the spirit and scope of



the invention. For example, the present invention has been described in terms of a media having a single magnetic recording layer. However, in certain applications of the present invention multiple magnetic recording layers may be employed, etc. Therefore, the above specific descriptions are presented as examples of embodiments of the present invention, and are not to be read as limiting the scope of the present invention.

What is claimed is:

1. A magnetic recording medium, comprising:

a non-magnetic substrate having a primary plane;

a structured nucleation layer, comprising,

a seed layer of fine crystal grains, having random lattice plane orientations, formed directly on said non-magnetic substrate;

an intermediate layer of crystal grains, formed on said seed layer grains, of sufficient thickness to allow an uppermost surface thereof to present primarily preferred lattice planes;

a recording layer, generally epitaxially formed on said primarily preferred lattice planes, comprising a Co-based hcp alloy and at least one segregant material selected from the group comprising of oxides and nitrides having a bond strength of greater than 90 Kcal/mol., such that said Co-based alloy predominantly forms single crystallite magnetic grains of uniform size, said single crystallite magnetic grains having grain boundaries, said segregant material being disposed primarily at said grain boundaries, said single crystallite magnetic grains having their C-axes oriented predominantly parallel to, and randomly oriented in, the primary plane of said substrate.

2. The medium of claim 1, wherein said recording layer grains have a lattice mismatch to said intermediate layer grains of no more than 10%.
3. The medium of claim 1, wherein said intermediate layer is at least 80Å thick.
4. The medium of claim 1, wherein said seed layer grains are of mean diameter of 50Å or less, and said intermediate layer grains are of mean diameter of 100Å or less.
5. The medium of claim 1, wherein said intermediate layer comprises Cr.
6. The medium of claim 5, wherein said intermediate layer comprises an alloy including Cr.
7. The medium of claim 1, wherein said seed layer comprises metallic elements producing grains smaller than 50Å in diameter providing nucleation sites at which said intermediate layer grains form.

8. The medium of claim 1, wherein said seed layer comprises Ti.
9. The medium of claim 1, wherein said seed layer comprises predominantly B2 phase material.
10. The medium of claim 9, wherein said B2 phase material is structured NiAl.
11. The medium of claim 1, wherein said seed layer comprises an alloy of Cr and at least one other element, said at least one other element being present in an amount up to but not exceeding 10 at.% over the maximum solid solubility limit of said at least one other element in Cr.
12. The magnetic recording medium of claim 1, wherein said single crystallite magnetic grains are of a mean diameter of approximately 100Å or less.
13. The magnetic recording medium of claim 12, wherein said single crystallite magnetic grains are spaced apart by between 5Å and 50Å.
14. The magnetic recording medium of claim 12, wherein said single crystallite magnetic grains are spaced apart by a mean distance of 10Å.

15. The magnetic recording medium of claim 13, wherein a layer of segregant material having a thickness of at least  $10\text{\AA}$  is disposed between pairs of adjacent single crystallite magnetic grains.

16. The magnetic recording medium of claim 1, wherein the medium includes only a single magnetic recording layer.

17. The magnetic recording medium of claim 1, wherein the segregant material is selected from the group comprising oxides and nitrides of Al, As, Co, Cr, Dy, Gd, La, Lu, Ni, Os, Pm, Ru, Re, Sc, Se, Si, Sm, Sn, Ta, Tb, Th, Ti, Tm, U, V, W, Y, and Zr having a bond strength of greater than 90 Kcal/mol.

18. In a magnetic recording medium wherein a magnetic recording layer comprising substantially a Co alloy is formed above a planar non-magnetic substrate, a structure having improved non-linear transition shift, write jitter, and over write performance, comprising:

a seed layer of fine crystal grains, having random lattice plane orientations, formed directly on said non-magnetic substrate;

an intermediate layer comprising at least in part Cr grains, formed on said seed layer grains, of sufficient thickness to allow an uppermost surface thereof to present primarily preferred lattice planes; and

at least one segregant material selected from the group comprising oxides and nitrides having a bond strength of greater than 90 Kcal/mol., deposited together with said Co alloy;

whereby said magnetic recording layer forms generally epitaxially on said primarily preferred lattice planes, said Co-based alloy predominantly forms single crystallite magnetic grains of uniform size, said single crystallite magnetic grains having grain boundaries, said segregant material being disposed primarily at said grain boundaries, said single crystallite magnetic grains having their C-axes oriented predominantly parallel to, and randomly oriented in, the primary plane of said substrate.

19. A structured nucleation layer, formed above a planar non-magnetic substrate, and having formed thereon a substantially Co-alloy magnetic recording layer containing at least one segregant material selected from the group comprising oxides and nitrides having a bond strength of greater than 90 Kcal/mol., for providing said magnetic recording layer with improved non-linear transition shift, write jitter, and over write performance, comprising:

a seed layer of fine crystal grains, having random lattice plane orientations, formed directly on said non-magnetic substrate; and

an intermediate layer comprising at least in part Cr grains, formed on said seed layer grains, of sufficient thickness to allow an uppermost surface thereof to present primarily preferred lattice planes;

whereby said magnetic recording layer forms generally epitaxially on said primarily preferred lattice planes, said Co-based alloy predominantly forms single crystallite magnetic grains of uniform size, said single crystallite magnetic grains having grain boundaries, said segregant material being disposed primarily at said grain boundaries, said single crystallite magnetic grains having their C-axes oriented predominantly parallel to, and randomly oriented in, the primary plane of said substrate.

20. A disk drive containing a magnetic recording medium according to claim 1.

21. In a method of forming a magnetic recording medium wherein a magnetic recording layer comprising substantially a Co alloy is formed above a planar non-magnetic substrate, a method of improving non-linear transition shift, write jitter, and over write performance, comprising:

vacuum depositing a seed layer of fine crystal grains, having random lattice plane orientations, directly on said non-magnetic substrate;

vacuum depositing an intermediate layer of crystal grains on said seed layer grains, of sufficient thickness to allow an uppermost surface thereof to present primarily preferred lattice planes; and

vacuum depositing together with said Co alloy at least one segregant material selected from the group comprising oxides and nitrides having a bond strength of greater than 90 Kcal/mol.;

whereby said magnetic recording layer forms generally epitaxially on said primarily preferred lattice planes, said Co-based alloy predominantly forms single crystallite magnetic grains of uniform size, said single crystallite magnetic grains having grain boundaries, said segregant material migrating primarily to said grain boundaries, and said Co-based alloy having a C-axis forming predominantly parallel to the primary plane of said substrate.



10

Lubricant Layer

Protective Over Layer

Magnetic Recording Layer

Structured Nucleation Layer

Substrate (Al)

20

18

16

14

12

Fig. 2

Application of Chen et al.  
K9701  
Sheet 2 of 17

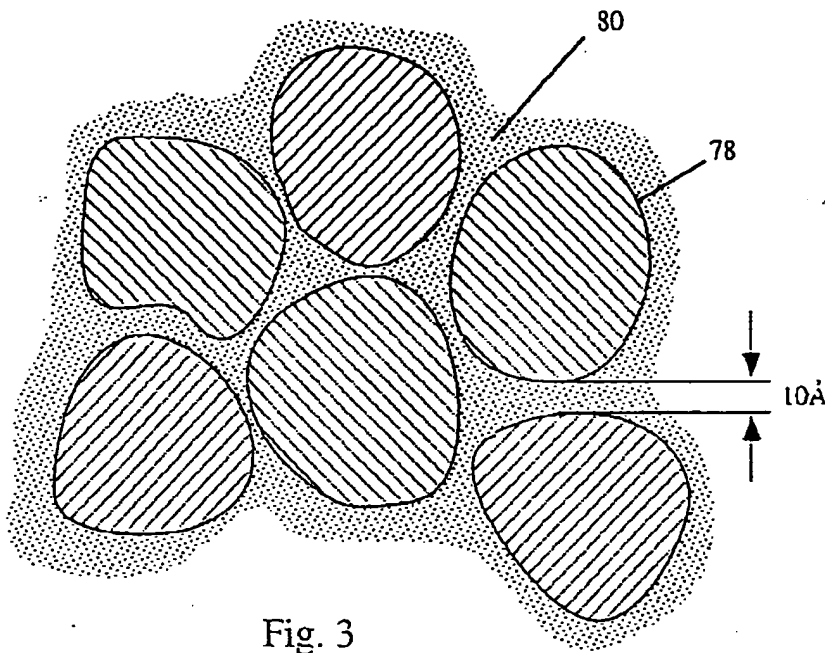


Fig. 3

Application of Crenosol  
K4701  
Sheet 3 of 17

3

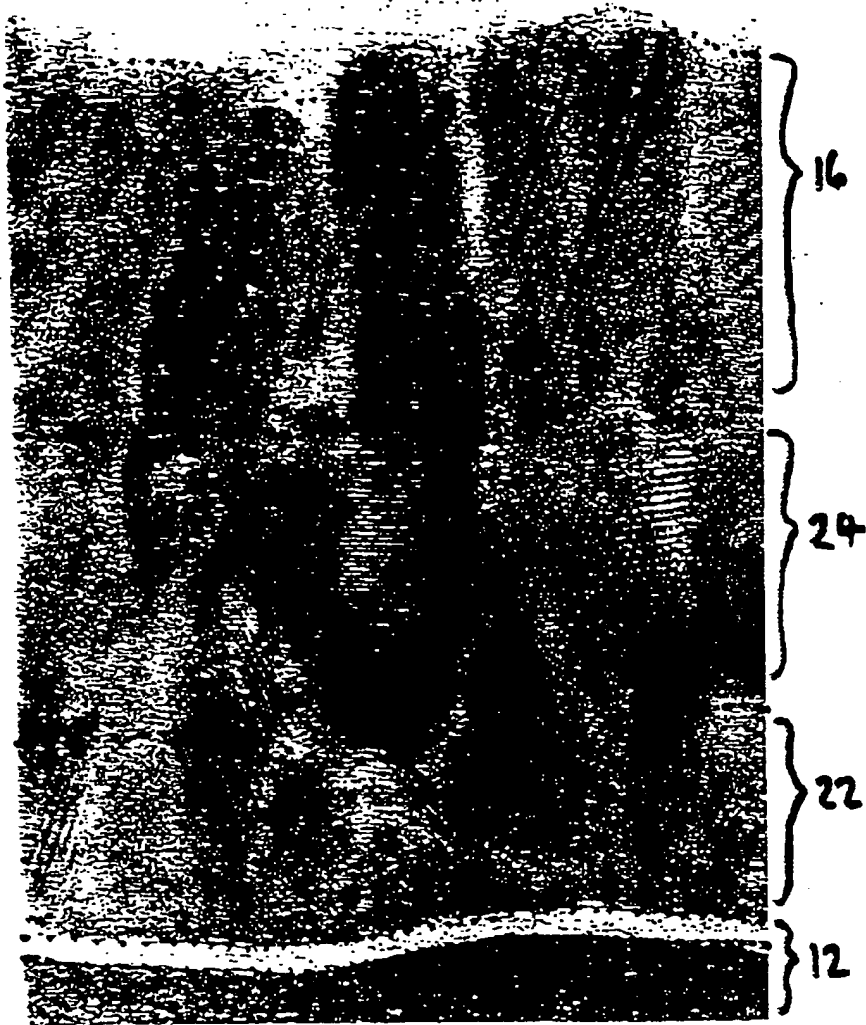


Fig. 4

特開平10-302242

4



15

Application of Chen et al.

K9701

Sheet 5 of 17

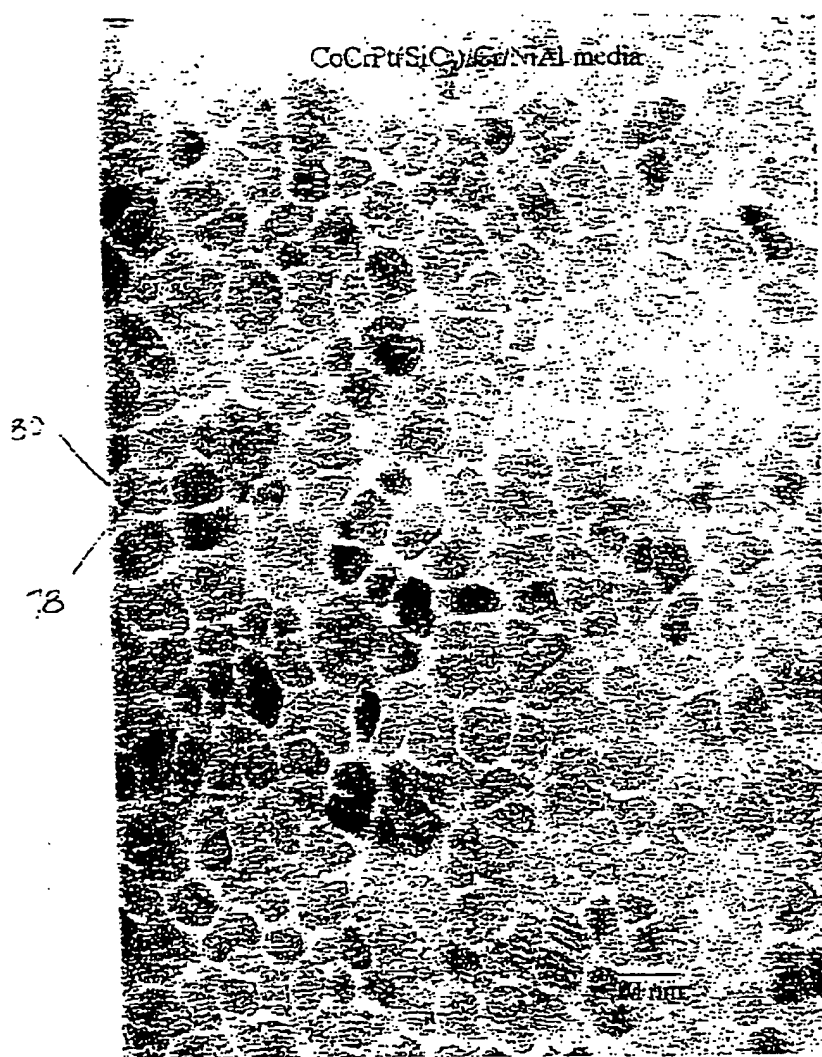


Fig. 6

Application of Chen et al.  
K9701  
Sheet 6 of 17

6

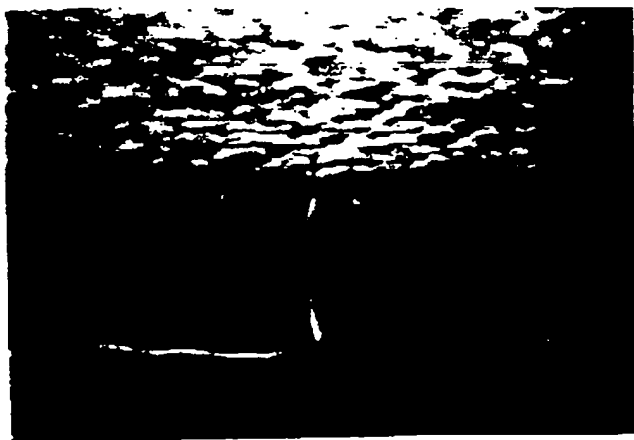


Fig. 7



Fig. 8

Application of Chen et al.  
K9701  
Sheet 7 of 17

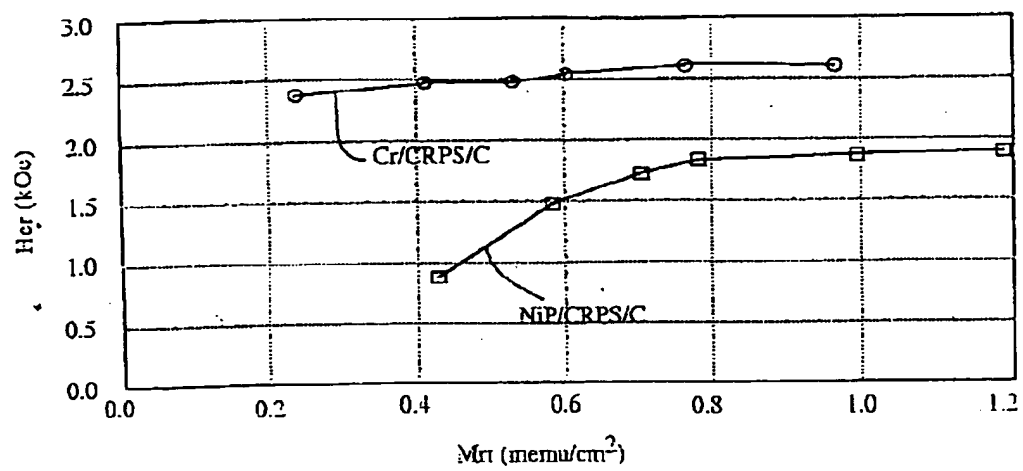


Fig. 9

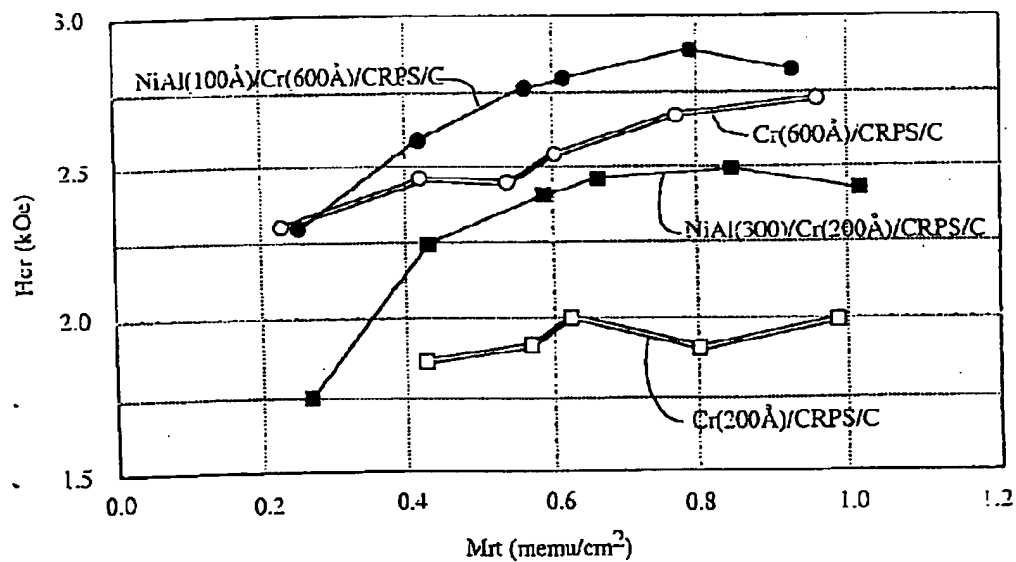


Fig. 10

Application of Chen et al.  
K9701  
Sheet 8 of 17

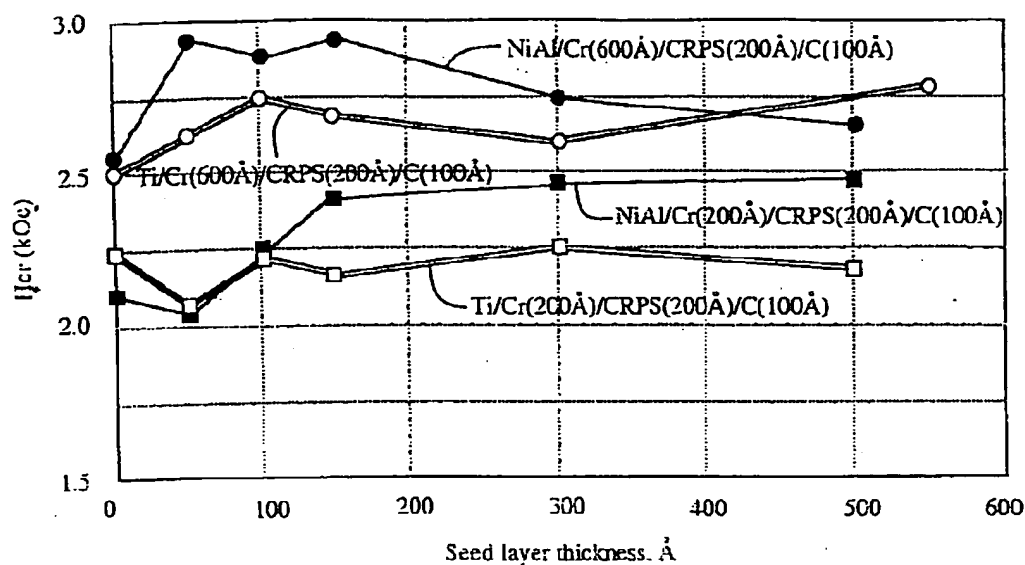


Fig. 11

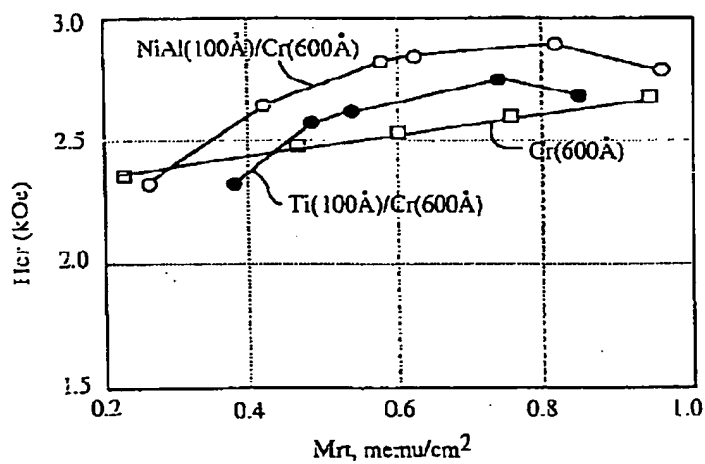


Fig. 12



7

Application of Chen et al  
K9701  
Sheet 9 of 17

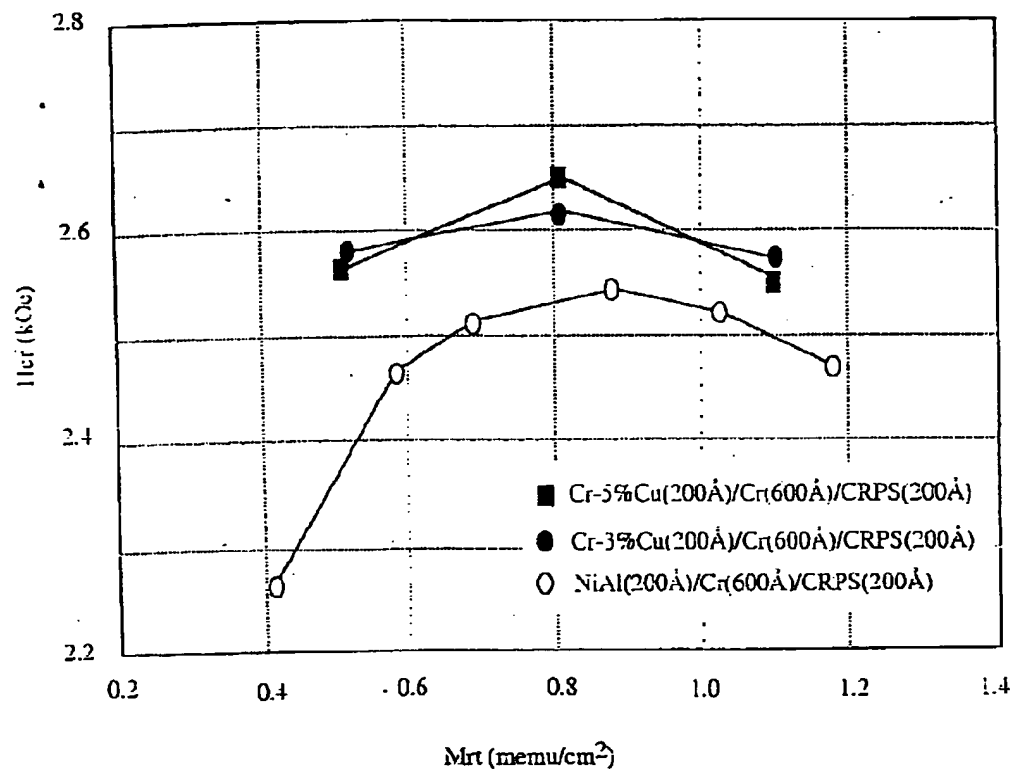
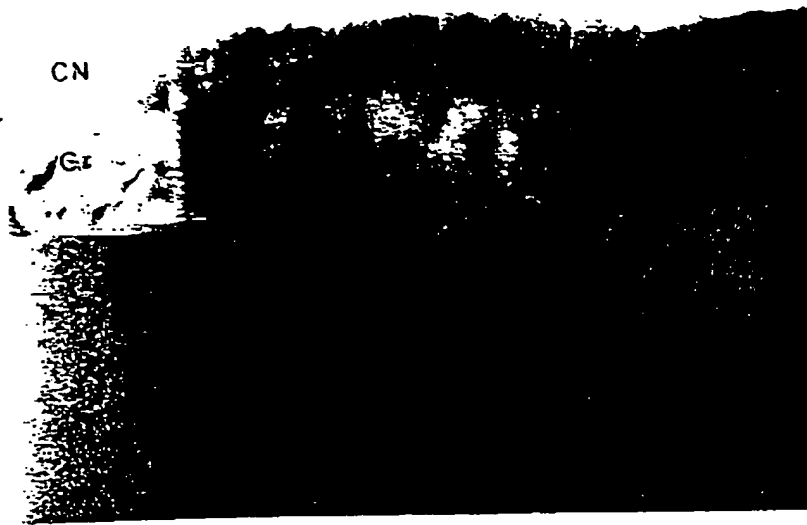


Fig. 13

Apparatus for measuring  
the  
shear stress

10



1000  $\mu$

Fig 14a

(107)

特開平10-302242

Fig. 14b  
Sheet 1 of 1

11



1000 Å

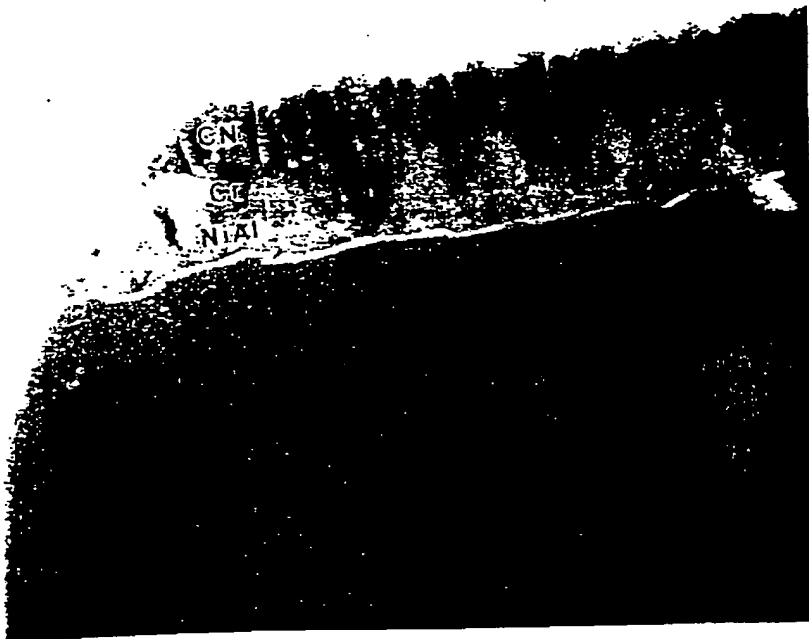
Fig. 14b

(108)

特開平10-302242

2000  
5000-2-1-7

12



1000 ft

Fig. 10a

(109)

特開平10-302242

13



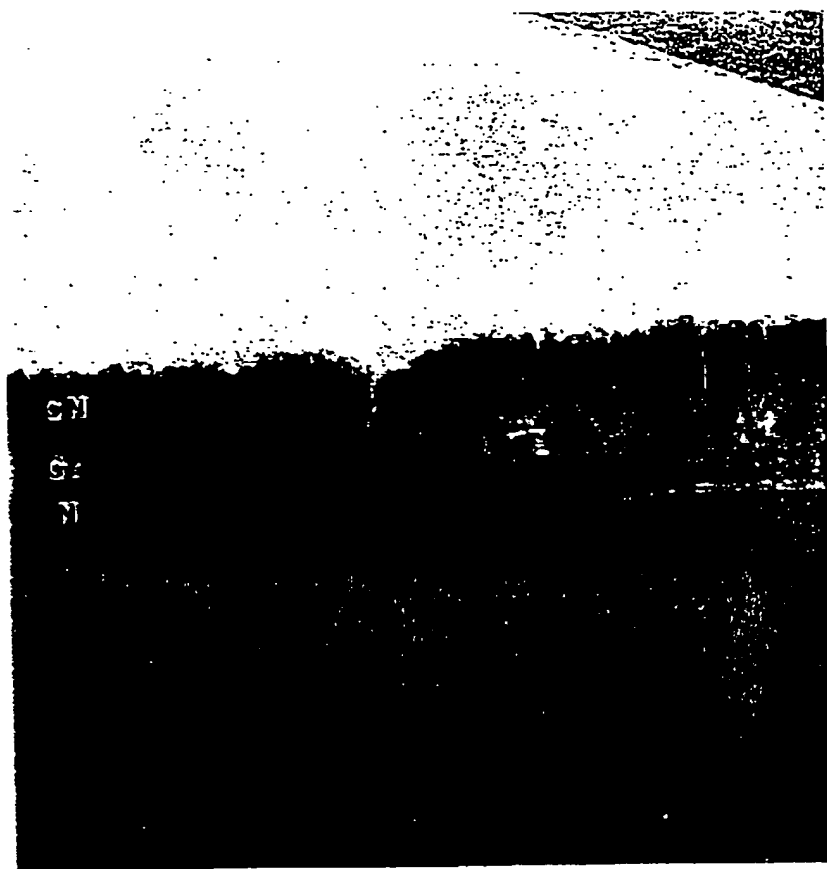
1000 A

Fig 15c

(110)

特開平10-302242

14



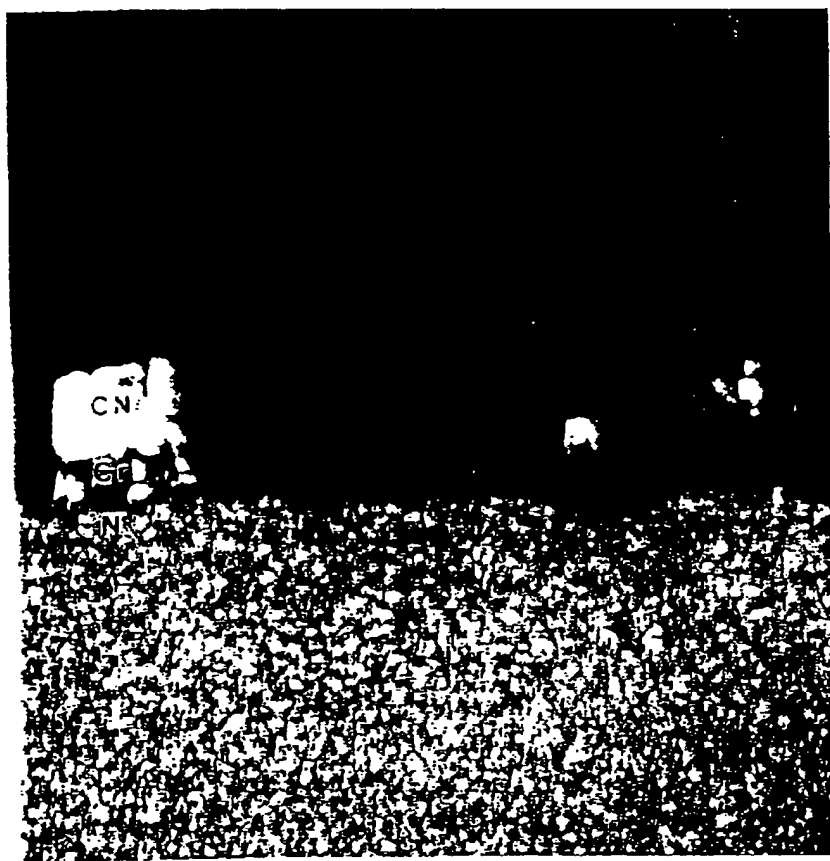
1000 Å

Fig. 10a

(111)

特開平10-302242

Application of the present invention  
to the field of  
Sheet 15 of 10



1000 Å

Fig. 16b

Application of Chen et al.  
K9701  
Sheet 16 of 17

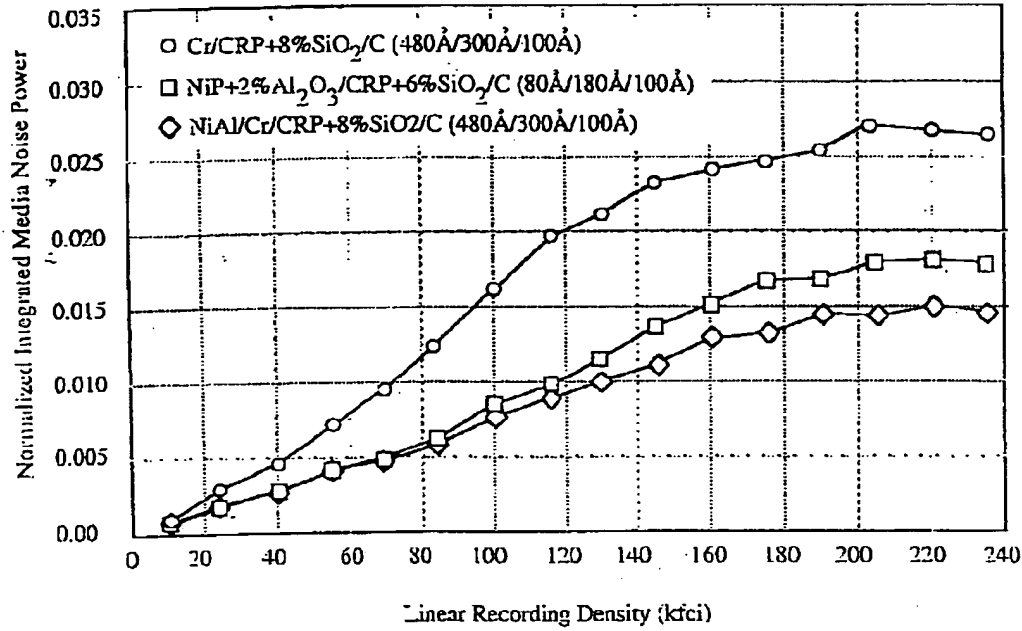


Fig. 17



Application of Chen et al  
K9701  
Sheet 17 of 17

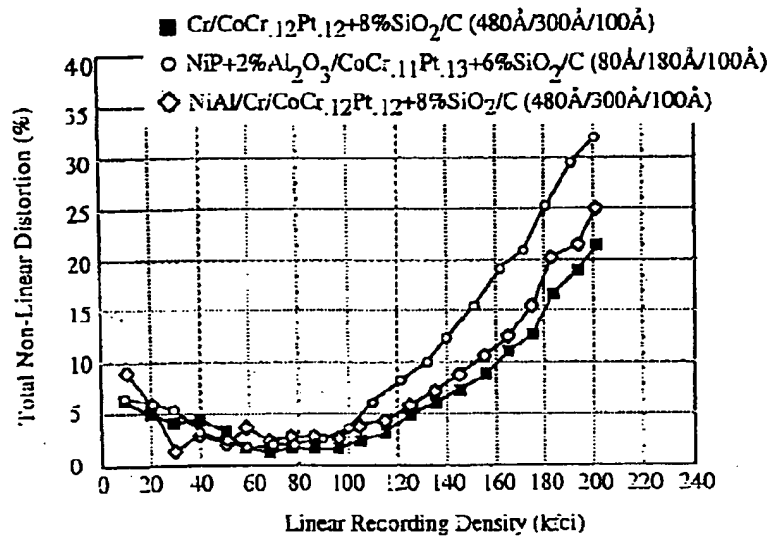


Fig. 18

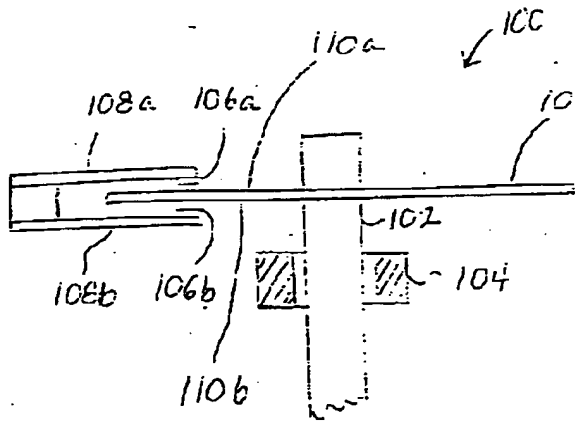


Fig. 19

---

## Magnetic Alloy Having a Structured Nucleation Layer and Method for Manufacturing Same

---

### ABSTRACT

A magnetic recording medium is provided with a structured nucleation layer. The structured nucleation layer comprises a fine-grained seed layer and an intermediate layer. The seed layer (e.g., NiAl, Ti, Cr-Cu, etc.) serves as a template for fine grained-growth of the intermediate layer. The intermediate (e.g., Cr, etc.) layer has preferred crystal textures and an appropriate lattice match to a subsequently deposited magnetic recording layer to allow epitaxial growth of the magnetic recording layer. The intermediate layer provides morphology and orientation to the magnetic recording layer. The magnetic recording layer (e.g., Co-alloy) includes a material which segregates to the alloy grain boundaries to isolate the grains thereof. Each grain of the magnetic recording layer is predominantly a single crystal of small size and uniformly spaced from adjacent grains. The easy axis of the magnetic recording material is predominantly in the plane of the disk, with a random in-plane orientation. Superior magnetic properties are obtained.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☒ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**